

JESSIE FABIOLA REYES CARMONA

INTERAÇÃO DOS CIMENTOS PROROOT MTA, MTA BRANCO, MTA
BIO E PORTLAND BRANCO COM A DENTINA.

Florianópolis

2007

JESSIE FABIOLA REYES CARMONA

**INTERAÇÃO DOS CIMENTOS PROROOT MTA, MTA BRANCO, MTA
BIO E PORTLAND BRANCO COM A DENTINA.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, da Universidade Federal de Santa Catarina, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia. Área de concentração: Endodontia.

Orientador: Prof. Dr. Wilson Tadeu Felipe

Co-orientadora: Prof^a. Dr^a. Mara Cristina Santos Felipe

Florianópolis

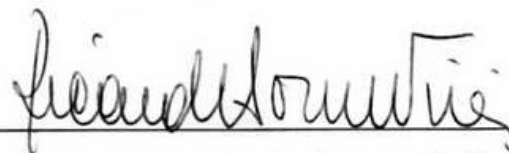
2007

Jessie Fabiola Reyes Carmona

**“INTERAÇÃO DOS CIMENTOS DO PROROOT MTA,
MTA BRANCO, MTA BIO E PORTLAND BRANCO COM
A DENTINA”**

Esta dissertação foi julgada adequada e aprovada para obtenção do título de
MESTRE EM ODONTOLOGIA – OPÇÃO ENDODONTIA, no Programa de Pós-
Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina.

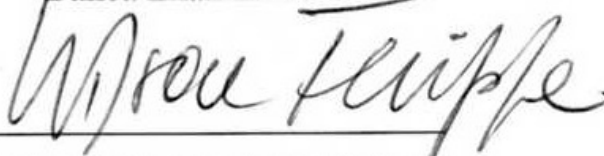
Florianópolis, 18 de dezembro de 2007.



Profº Drº Ricardo de Sousa Vieira

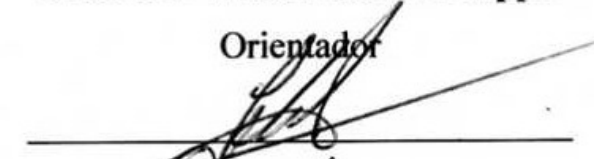
Coordenador do Curso de Pós-Graduação

Banca Examinadora



Profº Drº Wilson Tadeu Felipe

Orientador



Profº Drº Clóvis Monteiro Bramante

Membro



Profº Drº Luiz Henrique Maykot Prates

Membro

A **Deus** por tantas oportunidades,
pela minha vida tão cheia de alegrias,
pela proteção constante.

Ao meu esposo, **Juanca**, pela dedicação,
trabalho , estímulo e apoio, por formar
parte dos momentos mais importantes
de minha vida.

Aos meus filhos, **Juan Carlos Jr. e José Daniel**,
que todos os momentos vividos sirvam de exemplo
e inspiração. Saibam que esta luta é para e por vocês.

Com amor, a vocês, dedico este trabalho.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Wilson Tadeu Felipe**, pelo exemplo de competência, conhecimento e determinação. Pela dedicação e ensinamentos que fizeram possível a realização deste trabalho. Parabéns pelo seu amor ao ensino, pela simplicidade e pela capacidade de estimular as pessoas.

À minha co-orientadora, **Prof^a. Dr^a. Mara Cristina Santos Felipe**, pelos ensinamentos e determinação. Obrigada por estar sempre presente, por suas palavras de estímulo.

Aos **Felippes**, pelo exemplo de força e de trabalho em equipe. Pela convivência enriquecedora, pelas oportunidades colocadas em meu caminho, por me estimular a valorizar detalhes, a criar...

“Gracias” pela oportunidade.

Minha eterna gratidão

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À **Universidade de Costa Rica**, por ter sido o princípio de tudo, por ter proporcionado a oportunidade de realizar meus estudos de pós-graduação no exterior e pela ajuda para a realização deste trabalho.

Ao **Prof. Carlos Filloy**, pela oportunidade concedida, por ter viabilizado meus estudos.

Ao **Prof. Luis Murillo**, pela confiança em nós depositada e pela ajuda recebida. Parabéns pelo exemplo de coragem e amor ao ensino.

Ao **Prof. Rafael Huete**, obrigada pela amizade, amabilidade e pela disposição e ajuda recebida.

Ao **Prof. Rodolfo Zeledón**, pela disposição e orientação recebida durante o meu estágio na Disciplina de Endodontia.

AGRADECIMENTOS

À **minha família, Mami, Mamita, Mario y Alex**, pelo exemplo de coragem e de união, pelo apoio incondicional em minhas decisões, pelo incentivo e por estar sempre a meu lado, obrigado por tudo o que fizeram por mim nesses meus anos de vida. Saudades!!!!

À **Maria Helena Pozzobon e à Miriam Marly Becker**, os meus anjos da guarda, muito obrigada por serem tão lindas, por terem me auxiliado e apoiado em cada momento desde a minha chegada e, principalmente, por serem tão especiais e amorosas com os tesouros maiores de minha vida: meus filhos. É bom tê-las por perto.

À **Ana Maria H. Alves**, pelo exemplo de sinceridade e simplicidade, pelos conselhos, por suas palavras de estímulo, amizade, amabilidade e ajuda. Você é muito especial.

À **Cleonice da Silveira Teixeira**, pela ajuda, pelos conselhos, por estar sempre à disposição, pela amizade e carinho.

À **Caroline Martins**, pela amizade tão sincera, pelo apoio sempre recebido e pelas experiências trocadas.

À **Ana Cristina Hack Caldeira de Andrada**, pela amizade, pelas conversas, pela acolhida afetuosa.

À **Kasusa**, pela amabilidade e por toda a ajuda.

Ao **Guillermo Carpena**, pela disposição e por toda a ajuda recebida e pelo aprendizado no curso de MEV.

Aos meus colegas do mestrado, **Beatriz D. Souza, Patrícia R. Vígano e Luciano Veiga**, pelo convívio. A vocês, desejo muito sucesso, paz e saúde!!!

Ao **Eduardo Bortoluzzi**, pelo convívio, obrigada pela sua disponibilidade.

À **Luonothar A. Dreger**, pela acolhida e conversas.

Ao **Prof. Luiz Henrique M. Prates**, pela orientação e ajuda na realização desta pesquisa.

À **Liene Campos**, pela revisão deste trabalho.

Aos **Jackeline, Sérgio e Marly**, pela presteza, amabilidade e acolhida afetuosa. Gracias!!!!

À **disciplina de Endodontia e à UFSC**, todos os professores e funcionários, muito obrigada pelo convívio, pela disposição e por contribuir com minha formação.

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram no desenvolvimento deste trabalho, meus sinceros agradecimentos.

*“Uma intuição momentânea vale, às vezes,
uma vida inteira de experiência.”*

Ernest Holmes

*“Para realizar grandes conquistas,
devemos não apenas agir, mas também sonhar;
não apenas planejar, mas também acreditar.”*

Anatole France

REYES CARMONA, J. F. **Interação dos cimentos ProRoot MTA, MTA Branco, MTA BIO e Portland branco com a dentina.** 2007. 101f. Dissertação (Mestrado em Endodontia) - Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

RESUMO

Os objetivos deste estudo foram analisar a quantidade e a composição química do precipitado formado pelos cimentos ProRoot MTA, MTA Branco, MTA BIO e Portland branco, após imersão em tampão fosfato salino (PBS); avaliar a interface cimento-dentina e, paralelamente, analisar o pH e a liberação de íons cálcio a partir dos cimentos empregados. As coroas de 28 dentes humanos foram removidas e o terço médio das raízes cortados transversalmente para a obtenção de discos radiculares com 2 mm de espessura. Em cada secção, o espaço do canal foi ampliado a fim de obter uma cavidade padronizada com 2 mm de diâmetro. As secções foram divididas aleatoriamente em 5 grupos, sendo as cavidades preenchidas com: ProRoot MTA (Grupo 1), MTA Branco (Grupo 2), MTA BIO (Grupo 3), CP1: Cimento de Portland branco com 20% de óxido de bismuto (Grupo 4), e CP2: Cimento de Portland branco com 20% de óxido de bismuto e 10% cloreto de cálcio (Grupo 5). Em seguida, as amostras foram colocadas em recipientes plásticos contendo 15 mL de PBS e levadas à estufa (37°C) por um período de 2 meses. A solução tampão foi substituída a cada 5 dias. A cada substituição, os precipitados foram colhidos, lavados, dessecados e pesados. Aos 5, 15, 25 e 35 dias, a solução foi coletada para medição do pH e da concentração de íons cálcio. Ao final dos 2 meses, as amostras foram processadas para avaliação, em MEV, da interface cimento-dentina. Os dados foram analisados estatisticamente em um nível de significância de 5%. Em todas as amostras foi observada a formação de precipitados de apatita carbonatada e a presença de uma intercamada na interface cimento-dentina. A partir da intercamada, foram observados prolongamentos penetrando nos túbulos dentinários. O ProRoot MTA e o MTA BIO formaram maior quantidade de precipitados, geraram os valores de pH mais altos e a maior concentração de íons cálcio em todos os períodos de avaliação. O ProRoot MTA, o MTA Branco, o MTA BIO e o cimento Portland branco têm a capacidade de dissolver alguns de seus componentes e propiciar a precipitação de apatita carbonatada, promovendo a formação de uma intercamada com prolongamentos que penetram nos túbulos dentinários.

Palavras-chave: Agregado de Trióxido Mineral (MTA). Apatita carbonatada. Cimento Portland. Íons cálcio. MTA BIO.

REYES CARMONA, J. F. **Interação dos cimentos ProRoot MTA, MTA Branco, MTA BIO e Portland branco com a dentina.** 2007. 101f. Dissertação (Mestrado em Endodontia) - Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

ABSTRACT

The aim of this study was to analyze the amount and the chemical composition of the precipitate formed by ProRoot MTA, White MTA, MTA BIO and white Portland cements, after immersion in phosphate buffered saline (PBS), to evaluate the cement-dentine interface and to analyze the pH and the calcium ions release. The crowns of 28 human teeth were removed and the middle third of the roots was sectioned transversally in order to obtain 2mm-thickness sections. In each section, the space of the canal was enlarged to obtain 2mm-diameter standardized cavities. The samples were randomly divided in 5 groups, and the cavities filled with: ProRoot MTA (Group 1), White MTA (Group 2), MTA BIO (Group 3), white Portland cement with 20% of bismuth oxide (CP1) (Group 4), and white Portland cement with 20% of bismuth oxide and 10% calcium chloride (CP2) (Group 5). The samples were immediately placed in plastic vials containing 15 mL of PBS for 2 months at 37°C. The PBS solution was collected and replaced every 5 days. After each replacement, the precipitates were collected, washed, desiccated and weighed. Calcium ions release and pH of the collected solution were monitored at 5, 15, 25 e 35 days. The samples were processed for SEM observation. Data obtained were statistically analyzed with 5% level of significance. Precipitates of carbonated apatite were observed in all the samples, along with the presence of an interfacial layer between the cement and the dentinal wall. Tags reproducing demineralized tubular dentin were observed from the interfacial layer. ProRoot MTA and MTA BIO cements produced the overall highest amount of precipitates, reached higher pH values, and released more calcium ions at all time intervals. ProRoot MTA, White MTA, MTA BIO and white Portland cements have dissolved, releasing some of their major components, promoting the precipitation of carbonated apatite and the formation of an interfacial layer with tags.

Key words: Mineral trioxide aggregate (MTA). Carbonated apatite. Portland cement. Calcium ions. MTA BIO.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	13
1.1 GENERALIDADES.....	13
1.2 INTERAÇÃO DO MTA COM O TAMPÃO FOSFATO-SALINO.....	17
 2 ARTIGO	
2.1 VERSÃO EM PORTUGUÊS	21
2.2 TABELAS.....	39
2.3 FIGURAS.....	41
 REFERÊNCIAS.....	50
 APÊNDICES	
A – IMAGENS DE FOTOMICROGRAFIAS.....	59
B – ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	64
C – TABELAS.....	65
D – GRÁFICOS.....	82
E – DIAGRAMA DA METODOLOGIA.....	90
F – METODOLOGIA EXPANDIDA.....	91
G - JUSTIFICATIVA PARA O USO DOS DISTINTOS CIMENTOS.....	97
 ANEXOS	
A - PARECER DO COMITÊ DE ÉTICA- CEP/UFSC.....	100

1 INTRODUÇÃO

Desde a sua primeira apresentação na literatura por Lee; Monsef; Torabinejad (1993), o Agregado de Trióxido Mineral (MTA) vem sendo exaustivamente avaliado nos últimos anos. Após a aprovação pela “U. S. Food and Drugs Administration”, em 1998 (SCHWARTZ et al., 1999), ele vem sendo empregado em procedimentos cirúrgicos e não cirúrgicos, os quais incluem retroobturações (TORABINEJAD et al., 1995a; KOH, 2000; REGAN; GUTMANN; WHITERSPOON, 2002; ECONOMIDES et al., 2003; CHONG; PITT FORD; HUDSON, 2003), selamento de perfurações radiculares (PITT FORD et al., 1995; ARENS; TORABINEJAD, 1996; HOLLAND et al., 2001b; DAOUDI; SAUNDERS, 2002; MAIN et al., 2004), capeamento pulpar direto (ABEDI et al., 1996; PITT FORD et al., 1996; FUKS, 2002; AEINEHCHI et al., 2003), pulpotomia (HOLLAND et al., 2001a; DOMINGUEZ et al. 2003; MENEZES et al., 2004), preenchimento de áreas de reabsorção interna (SCHWARTZ et al., 1999; HSIEN et al., 2003) e externa (WHITE; BRYANT, 2002), tampão apical (TORABINEJAD; CHIVIAN, 1999; WITHERSPOON; HAM, 2001; GIULIANI et al., 2002; HACHMEISTER et al., 2002; LYNN; EINBENDER, 2003; FELIPPE; FELIPPE; ROCHA, 2006), selamento cervical prévio ao clareamento (TORABINEJAD; CHIVIAN, 1999) e obturação do canal (HOLLAND et al., 1999; HAYASHI; SHIMIZU; EBISU, 2004; VIZGIRDA, et al., 2004).

Diferentes experimentos, *in vitro* e *in vivo*, confirmaram que o MTA é biocompatível (TORABINEJAD et al., 1995b) sugerindo que pode ser o material ideal para ser utilizado junto à polpa, ligamento periodontal e tecido apical (PELLICCIONI et al., 2004; FELIPPE; FELIPPE; ROCHA, 2006). O MTA mostrou-se superior a outros materiais, principalmente quando utilizado em procedimentos que objetivaram o reparo (TORABINEJAD; CHIVIAN, 1999; PITT FORD et al., 1995; ARENS; TORABINEJAD, 1996; HOLLAND et al., 2001a).

1.1 GENERALIDADES

O MTA apresenta-se como um pó branco ou cinza e encontra-se comercialmente disponível com os nomes ProRoot MTA (Dentsply Tulsa Dental,

Oklahoma, USA) e MTA Angelus (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, PR, Brasil).

O pó cinza consiste de finas partículas hidrofílicas, cujos componentes principais são silicato tricálcico, aluminato tricálcico, óxido tricálcico e óxido de silicato. Há também pequenas quantidades de alguns óxidos minerais que são responsáveis pelas suas propriedades físicas e químicas, como por exemplo, o óxido de bismuto, que tem a finalidade de lhe conferir radiopacidade (LEE; MONSEF; TORABINEJAD, 1993).

Comparando a composição, Asgary et al. (2005) concluíram que o MTA cinza apresenta uma maior concentração de íons alumínio, magnésio e, principalmente, ferro, quando comparado com o branco. Segundo Camilleri e Pittford (2006), o MTA branco não possui a fase de aluminoferrita responsável pela cor do MTA cinza. Quando analisado o tamanho das partículas, Asgary et al. (2005) observaram que as partículas presentes no MTA cinza são aproximadamente 8 vezes maiores que as do MTA branco.

Análises demonstraram que, após tomar presa, o MTA assume a forma de cristais envolvidos por uma estrutura amorfa, apresentando aparência granular (TORABINEJAD et al., 1995c). Microscopicamente, os cristais apresentam-se na forma cúbica e agulheada, sendo os primeiros a principal estrutura do agregado, enquanto os segundos, menos prominentes, ocupam os espaços entre os cristais cúbicos (LEE et al., 2004). Em média, esses cristais possuem 87% de cálcio, 2,47% de sílica e o restante de oxigênio. Após a imersão do MTA em tampão fosfato salino (PBS), TORABINEJAD et al. (1995c) demonstraram que a estrutura amorfa é formada basicamente por fosfato de cálcio, 33% de cálcio, 49% de fosfato, 2% de carbono, 3% de cloro e 6% de sílica.

Para o preparo, o pó pode ser misturado com água estéril, na proporção de 3:1, sobre uma placa de vidro ou folha de papel. Como o contato prolongado com o ar promove a rápida desidratação da mistura, nos casos em que ela se apresentar seca, pequena quantidade de água pode ser acrescentada.

A hidratação também resulta na formação de hidróxido de cálcio (bula Pro Root), que é seguida pela liberação de íons cálcio e hidroxila (DUARTE et al., 2003; FRIDLAND; ROSADO, 2003; SANTOS et al., 2005). O MTA recém-preparado

apresenta pH de 10,2, que eleva-se a 12,5 no período de 3h, quando então permanece constante (TORABINEJAD et al., 1995c).

Se a área de aplicação estiver muito úmida, o excesso da umidade deve ser removido com gaze ou esponjas secas. Devido às características hidrofílicas do agregado, a umidade presente nos tecidos age como ativadora ou catalisadora da reação química de presa, não existindo, portanto, inconvenientes quanto a sua aplicação em campo úmido (TORABINEJAD et al., 1994; ROY; JEANSONNE; GERRETS, 2001). Entretanto, a adição de água em quantidade excessiva ou a aplicação em ambiente ácido (pH 5,0) podem diminuir a resistência final do material (LEE et al., 2004).

As características físicas e químicas do MTA estão na dependência direta do tamanho de suas partículas, da proporção pó/líquido, como também da espessura empregada, da temperatura e da presença de água (TORABINEJAD et al., 1995c). O grau de solubilidade e a porosidade do material aumentam na medida em que a proporção pó/líquido é aumentada (FRIDLAND; ROSADO, 2003).

A presa do cimento ocorre em menos de 3h (LEE; MONSEF; TORABINEJAD, 1993), resultando numa estrutura dura que, em 24h, revela uma resistência à compressão de aproximadamente 40 MPa, que aumenta para 67 MPa após 21 dias (TORABINEJAD et al., 1995c).

O selamento marginal é um fator extremamente importante para o sucesso dos mais variados procedimentos endodônticos. Avaliações realizadas com a utilização de corantes (LEE; MONSEF; TORABINEJAD, 1993; TORABINEJAD; WATSON; PITT FORD, 1993; YATSUSHIRO; BAUMGARTNER; TINKLE, 1998; AQRABAWI, 2000; DAOUDI; SAUNDERS, 2002), penetração de bactérias (TORABINEJAD et al., 1995a; FISCHER; ARENS; MILLER, 1998; NAKATA; BAE; BAUMGARTNER, 1998; ADAMO et al., 1999; SCHEERER; STEIMAN; COHEN, 2001), sistema de filtração de fluido (BATES; CARNES; DEL RIO, 1996; WELDON et al., 2002) ou de endotoxinas (TANG; TORABINEJAD; KETTERING, 2002) demonstraram que, apesar de permitir algum grau de infiltração, o MTA é efetivo no selamento marginal (LEE; MONSEF; TORABINEJAD, 1993; TORABINEJAD; WATSON; PITT FORD, 1993; BATES; TORABINEJAD et al., 1995a; FISCHER; ARENS; MILLER, 1998; NAKATA; BAE; BAUMGARTNER, 1998; BATES; CARNES; DEL RIO, 1996; YATSUSHIRO; BAUMGARTNER; TINKLE, 1998; ADAMO et al.,

1999; AQRABAWI, 2000; SCHEERER; STEIMAN; COHEN, 2001; DAOUDI; SAUNDERS, 2002; TANG; TORABINEJAD; KETTERING, 2002; WELDON et al., 2002; GONDIM et al., 2003; SHIPPER, et al., 2004).

A sua capacidade seladora provavelmente é oriunda da ligeira expansão após a presa, a qual determina uma melhor adaptação às paredes dentinárias (TORABINEJAD et al., 1995a; SLUYK; MOON; HARTWELL, 1998). O selamento, que melhora com o passar do tempo (WU; KONTAKIOTIS; WESSELINK, 1998), está na dependência da espessura (VALOIS; COSTA, 2004) e da técnica empregada quando da colocação do material (HACHMEISTER et al., 2002; AMINOSHARIAE; HARTWELL; MOON, 2003; MARTIN et al., 2007). Essa propriedade não é afetada quando o MTA é colocado em ambiente de pH 5,0 (ROY; JEANSONNE; GERRETS, 2001).

Em contato com fluídos teciduais, o MTA tem se mostrado resistente à dissolução ou decomposição. Quando aplicado em cavidades apicais experimentais, contendo sangue humano, apresentou bom selamento; a infiltração ocorrida na interface material/parede dentinária foi mínima (TORABINEJAD et al., 1994). Segundo Sluyk; Moon; Hartwell (1998), a presença de umidade no momento da aplicação traz a vantagem de melhorar, ainda mais, a adaptação marginal.

Em relação ao selamento marginal, Matt et al. (2004), comparando o agregado de trióxido mineral branco ao cinza, observaram uma menor microinfiltração nos dentes que receberam o MTA cinza. Resultados similares foram obtidos por Al-Hezaimi et al. (2005), que encontraram menor microinfiltração de saliva no MTA cinza, ainda que sem diferença estatística importante entre os dois materiais.

Diferentes investigações, incluindo análise espectrométrica, confirmaram a informação do fabricante de que a composição do MTA é semelhante a do cimento Portland. De 15 elementos químicos testados, 14 se mostraram idênticos, em parte por milhão (ppm) e peso (FUNTEAS; WALLACE; FOCHTMAN, 2003), exceto pela presença de óxido de bismuto no MTA (ESTRELA et al., 2000; FUNTEAS; WALLACE; FOCHTMAN, 2003; ASGARY et al., 2005; CAMILLERI; PITTFORD, 2006; DANESH et al., 2006). Dammaschke et al. (2005) e Danesh et al. (2006) demonstraram que o MTA apresenta cristais mais homogêneos e de menor tamanho, o que lhe confere melhores propriedades físicas quando comparado ao

cimento Portland. Os autores concluíram que os dois materiais são similares, porém não idênticos, salientando que o MTA não deve ser substituído pelo cimento Portland comum.

Nos últimos anos, tem sido sugerida a adição de cloreto de cálcio ao MTA e ao cimento Portland. Este aditivo reduz o tempo de presa (ABDULLAH et al., 2002), melhora o selamento marginal em retro-obturações (BORTOLUZZI et al., 2006a), potencializa o pH e a liberação de íons cálcio nas primeiras 24 h (BORTOLUZZI et al., 2006b), não interfere na biocompatibilidade desses materiais (BROON, 2004) e na atividade antimicrobiana (BORTOLUZZI, 2007).

1.2 INTERAÇÃO DO MTA COM O TAMPÃO FOSFATO-SALINO (PBS).

O sucesso clínico do MTA tem sido atribuído a sua natureza bioativa (SARKAR et al., 2005). O agregado de trióxido mineral é um material que libera componentes iônicos que, interferem nas atividades enzimáticas celulares, permitindo adesão, crescimento, proliferação celular e produção de matriz mineralizada (PITT FORD et al., 1995; FELIPPE; FELIPPE; ROCHA, 2006).

Com o intuito de conhecer as propriedades físico-químicas do MTA, Sarkar et al. (2005) realizaram um estudo, *in vitro*, para avaliar as interações do agregado com fluido tissular sintético (PBS). Os autores reportaram que, após 1 ou 2h de armazenamento, precipitados de cor branca foram observados na superfície do cimento. O estudo foi dividido em duas partes. Na primeira, as soluções com os precipitados de 3 amostras foram analisadas em espectrômetro de absorção atômica. Decorridas 2 semanas, os precipitados das amostras restantes (n=3) foram filtrados, lavados, secos e caracterizados na micro-análise de energia dispersiva (EDAX) no MEV e difração de Raios-X (XRD). Na segunda parte do estudo, os canais de 2 dentes unirradiculados foram instrumentados com instrumentos rotatórios ProFile calibres 20, 25, 30 e 35 e preenchidos com MTA. Os dentes foram armazenados em PBS a 37°C por 2 meses. Decorrido esse período, os dentes foram seccionados de forma transversal e a secção correspondente ao terço apical foi montada verticalmente em resina epóxica, polida com pasta de diamante de 1 µm e levada à microscopia ótica, MEV e EDAX para análise da interface MTA–dentina. As concentrações de íons liberados (ppm) pelo MTA em PBS em 3 dias foram: cálcio $176,67 \pm 3,30$, sílica $13,43 \pm 0,58$, ferro $2,47 \pm 0,40$, alumínio $2,27 \pm 0,15$ e magnésio

$1,0 \pm 0,1$. Os cristais analisados em MEV apresentaram composição química similar à hidroxiapatita (oxigênio, cálcio e fósforo). Em menores quantidades foram encontrados traços de bismuto, sílica e alumínio. Na análise em MEV foi observada a presença de uma intercamada entre o MTA e a dentina composta, principalmente, de cálcio, fósforo e oxigênio. Os autores concluíram que os íons cálcio liberados pelo agregado reagem com o fosfato proveniente do PBS formando cristais de hidroxiapatita. Os cristais de hidroxiapatita preenchem espaços microscópicos entre o MTA e a parede da dentina, formando, na interface, uma camada com aparente adesão química à dentina. Os autores sugeriram ainda que o sucesso clínico obtido com o MTA, em termos de selamento, biocompatibilidade e atividade dentinogênica, pode ser atribuído a essas reações físico-químicas.

Um ano mais tarde, Bozeman; Lemon; Eleazer (2006) analisaram a quantidade e o tipo de cristais formados nas superfícies do MTA branco, do MTA cinza e de um cimento experimental (Dentalcrete). Para o estudo foram empregados 15 cilindros de cada material, obtidos a partir de moldes de PVC. Na primeira parte do estudo foram comparadas a quantidade e a composição química dos cristais precipitados. As amostras de cada material foram imersas em PBS durante 40 dias a 37°C. A solução foi renovada a cada 5 dias. Os cristais foram removidos da superfície dos cilindros, lavados em água, secos na estufa e pesados. Em seguida, foram analisados por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios-X (XRD) e na espectroscopia de emissão atômica induzida de plasma (ICP-AES). Para fins de comparação, hidroxiapatita sintética foi analisada mediante a mesma metodologia. Na segunda parte do estudo, 3 cilindros de cada material foram suspensos, individualmente, em 35 mL de água destilada deionizada durante 40 dias. A água foi coletada para análise da concentração de íons cálcio, sílica, alumínio, bismuto, ferro e magnésio, em períodos entre 24 e 72h, e 5, 7, 10 e 14 dias. Na análise química dos cristais, foram encontrados cálcio e fósforo de forma similar à hidroxiapatita sintética analisada. O MTA cinza precipitou maior quantidade de cristais de hidroxiapatita (0,82g) do que o MTA branco (0,47g). Por outro lado, o Dentalcrete não apresentou precipitação de cristais. Foi observado um comportamento similar na liberação de íons cálcio a partir dos MTAs cinza e branco nas primeiras 24h (114 mg/L e 85 mg/L, respectivamente), seguido de uma queda, e um posterior aumento. Aos 14 dias não houve diferença na quantidade de íons cálcio liberados pelos cimentos MTA branco (47 ± 8 mg/L) e MTA cinza (55 ± 12

mg/L). O MTA cinza liberou uma menor quantidade de íons sílica quando comparado ao branco aos 14 dias. O Dentalcrete liberou menores quantidades de cálcio e sílica quando comparado com as duas formas comerciais do MTA. O MTA branco e o cinza liberaram quantidades similares de alumínio, bismuto, ferro e magnésio. Os autores confirmaram os resultados de Sarkar et al. (2005) salientando que os cristais provenientes do MTA branco e cinza são química e estruturalmente similares à hidroxiapatita. Foi sugerido que o preenchimento dos microporos do MTA, pela constante precipitação de cristais, e a camada formada entre o MTA e a dentina podem explicar os resultados favoráveis obtidos nos testes de microinfiltração.

Martin et al. (2007) avaliaram o selamento proporcionado pelo MTA branco quando utilizado como tampão apical num modelo de apexificação, *ex vivo*. Trinta e dois canais de dentes anteriores foram instrumentados e irrigados com solução de hipoclorito de sódio 6,15% e EDTA 17%. Os dentes foram divididos em 2 grupos (n=12). Nos canais do grupo A foi confeccionado um tampão apical de 3 a 5 mm de espessura com MTA branco. No grupo B, os condutos foram totalmente preenchidos com o material. Quatro dentes foram utilizados como controle negativo e 4 como positivo. Depois de 48h, as amostras foram submetidas ao ensaio de microinfiltração com o sistema de filtração de fluido pressurizado. Após o teste, as amostras foram armazenadas em PBS (pH 7,3) durante 4 semanas a 37°C, quando foram novamente submetidas ao ensaio de microinfiltração. Os canais do grupo B mostraram melhor selamento marginal inicial quando comparado aos do grupo A. Após a imersão em tampão fosfato-salino, foi observado que o selamento marginal nos 2 grupos foi similar. Os autores concluíram que o selamento marginal proporcionado pelo MTA branco, submetido ao armazenamento em PBS, melhora ao longo do tempo.

Recentemente, Tay et al. (2007) desenvolveram um estudo, *in vitro*, com o objetivo de caracterizar a bioatividade do cimento Portland branco (principal constituinte do MTA branco) quando submetido ao tampão fosfato-salino. Blocos de cimento Portland, após a presa, foram imersos em PBS (pH 7,3) por 10 dias. Os precipitados foram avaliados por meio de microanálise de energia dispersiva (EDAX) no microscópio eletrônico de varredura (MEV), difração de raios-X (XRD) e espectroscopia de luz infravermelha (FT-IR). O pH e a turgidez das soluções onde os blocos estiveram imersos também foram analisadas. Os valores do pH aumentaram de 7,3 para 11,0 em 52h e declinaram para 10,2 até ao termino do

período experimental. Foram observados precipitados esféricos brancos com prolongamentos de forma agulheada, de 50 a 200 nm de diâmetro. A análise em FT-IR dos precipitados produzidos antes de alcançar o pH máximo (aproximadamente após 4h de imersão) mostrou anéis de difração de elétrons difusos, característicos da formação de fosfato de cálcio amorfo. A análise em MEV dos precipitados coletados depois de 240h revelou a presença de esférulas de agregados cristalinos compostos por uma fase de fosfato de cálcio (deficiente em cálcio), com uma razão molar cálcio/fósforo (Ca/P) de 1,40 a 1,50. A FT-IR revelou anéis concêntricos, característicos de pequenos agregados pobremente cristalinos. Os autores concluíram que a bioatividade do cimento Portland branco, em presença de PBS, deve ser atribuída à formação de apatita carbonatada tipo B, deficiente em cálcio.

Diante do exposto, são objetivos deste trabalho: 1) analisar a quantidade e a composição química dos precipitados formados pelos cimentos ProRoot MTA, MTA Branco, MTA BIO e Portland branco com e sem cloreto de cálcio, após a imersão em PBS; 2) avaliar a interface cimento-dentina; 3) analisar o pH e a liberação de íons cálcio a partir dos cimentos empregados.

**Interação dos cimentos ProRoot MTA, MTA Branco, MTA BIO e Portland
branco com a dentina.**

J. F. REYES-CARMONA, W.T. FELIPPE, M.C. S. FELIPPE.

Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis,
Santa Catarina, Brasil.

Palavras-chave: Agregado de trióxido mineral (MTA), apatita carbonatada, cimento
Portland, íons cálcio, MTA BIO, pH

Running title: Interação cimentos-dentina.

Autor para correspondência: Jessie Reyes Carmona
Jornalista Tito Carvalho, 155 – Trindade – Florianópolis
CEP: 88.040-480 - SC - Brasil
Fone/Fax: + 55 (0) 48 37219549
e-mail: jessreyesc@hotmail.com

Resumo

Objetivos Os objetivos deste estudo foram analisar a quantidade e a composição química do precipitado formado pelos cimentos ProRoot MTA, MTA Branco, MTA BIO e Portland branco, após imersão em tampão fosfato salino (PBS); avaliar a interface cimento-dentina e, paralelamente, analisar o pH e a liberação de íons cálcio a partir dos cimentos empregados.

Metodologia Em cada secção de dentina, o espaço do canal foi ampliado a fim de obter uma cavidade padronizada com 2 mm de diâmetro. As secções foram divididas aleatoriamente em 5 grupos, sendo as cavidades preenchidas com: ProRoot MTA (Grupo 1), MTA Branco (Grupo 2), MTA BIO (Grupo 3), CP1: Cimento de Portland branco com 20% de óxido de bismuto (Grupo 4), e CP2: Cimento de Portland branco com 20% de óxido de bismuto e 10% cloreto de cálcio (Grupo 5). Em seguida, as amostras foram colocadas em recipientes plásticos contendo 15 mL de PBS e levadas à estufa (37°C) por um período de 2 meses. A solução tampão foi substituída a cada 5 dias. A cada substituição, os precipitados foram colhidos, lavados, dessecados e pesados. Aos 5, 15, 25 e 35 dias, a solução foi coletada para medição do pH e da concentração de íons cálcio. Ao final dos 2 meses, as amostras foram processadas para avaliação, em MEV, da interface cimento-dentina. Os dados foram analisados estatisticamente em um nível de significância de 5%.

Resultados Em todas as amostras foi observada a formação de precipitados de apatita carbonatada e a presença de uma intercamada na interface cimento-dentina. A partir da intercamada, foram observados prolongamentos penetrando nos túbulos dentinários. O ProRoot MTA e o MTA BIO formaram maior quantidade de precipitados, geraram os valores de pH mais altos e a maior concentração de íons cálcio em todos os períodos de avaliação.

Conclusões O ProRoot MTA, o MTA Branco, o MTA BIO e o cimento Portland branco têm a capacidade de dissolver alguns de seus componentes e propiciar a precipitação de apatita carbonatada, promovendo a formação de uma intercamada com prolongamentos que penetram nos túbulos dentinários.

Introdução

O MTA é o material mais indicado para selar comunicações existentes entre a cavidade pulpar e o periodonto. Assim, ele vem sendo empregado em diferentes situações clínicas, como em retro-obturações, no selamento de perfurações radiculares, como tampão apical e na obturação do canal (Torabinejad & Chivian 1999; Felipe *et al.* 2006).

O sucesso obtido com o uso do MTA tem sido creditado as suas propriedades biológicas e ao efetivo selamento marginal que promove (Torabinejad *et al.* 1993; Torabinejad *et al.* 1995, Hachmeister *et al.* 2002). Inicialmente, pensava-se que o bom selamento era devido à ligeira expansão que o material sofre após a presa, a qual determina uma melhor adaptação às paredes dentinárias (Torabinejad *et al.* 1995; Sluyk *et al.* 1998).

No entanto, recentes estudos demonstraram que o MTA precipita cristais de hidroxiapatita na presença de PBS (Sarkar *et al.* 2005; Bozeman *et al.* 2006). Sarkar *et al.* (2005) sugeriram que os íons cálcio liberados pelo MTA reagem com grupos fosfato provenientes do PBS formando cristais de hidroxiapatita na interface MTA-dentina, os quais se aderem quimicamente à dentina. A interação do MTA com o PBS melhora o selamento marginal ao longo do tempo (Martin *et al.* 2007) e pode explicar os resultados favoráveis obtidos nos testes de microinfiltração (Bozeman *et al.* 2006).

Por razões estéticas, a tendência atual é a substituição do MTA cinza pelo branco. Baixas concentrações de magnésio, alumínio e, principalmente, ferro são os principais responsáveis pela variação da cor (Asgary *et al.* 2005; Camilleri *et al.* 2006).

Bozeman *et al.* (2006) observaram que o MTA cinza precipita maior quantidade de cristais de hidroxiapatita na sua superfície livre do que o MTA branco. Esta observação ganha importância em situações clínicas nas quais é preciso a obtenção de uma boa adaptação marginal, como no selamento de perfurações radiculares, de retroobturações ou no tampão apical. A menor precipitação de cristais por parte do MTA Branco poderia comprometer o selamento e, conseqüentemente, o sucesso do tratamento.

Após a comercialização do MTA Branco, a empresa Angelus Soluções Odontológicas (Londrina, PR, Brasil) produziu, em laboratório, o cimento MTA BIO,

isento de substâncias tóxicas, particularmente arsênico (De-Deus *et al.* 2007), com as mesmas indicações do MTA Branco.

Devido à confirmação de que o MTA é composto basicamente por cimento Portland (Estrela *et al.* 2000; Camilleri *et al.* 2005; Dammaschke *et al.* 2005), alguns autores sugeriram sua substituição pelo cimento Portland comum (Saidon *et al.* 2003; Menezes *et al.* 2004; De-Deus & Coutinho-Filho 2007; De-Deus *et al.* 2007).

Com a finalidade de diminuir o tempo de presa e facilitar a manipulação, o cloreto de cálcio tem sido adicionado ao MTA e ao cimento Portland (Abdullah *et al.* 2002; Bortoluzzi *et al.* 2006a; Bortoluzzi *et al.* 2006b). Apesar de alguns estudos demonstrarem resultados favoráveis com a adição desse produto (Abdullah *et al.* 2002; Bortoluzzi *et al.* 2006a; Bortoluzzi *et al.* 2006b; Bortoluzzi 2007), ainda não se sabe se esse aditivo pode interferir na formação dos precipitados.

Sarkar *et al.* (2005) identificaram a intercamada de hidroxiapatita quando o MTA cinza foi empregado. Porém, ainda não há relatos na literatura quando do emprego dos cimentos MTA Branco, MTA BIO e Portland. Diante do exposto, são objetivos deste trabalho: 1) analisar a quantidade e a composição química dos precipitados formados pelos cimentos ProRoot MTA, MTA Branco, MTA BIO e Portland branco com ou sem cloreto de cálcio, após a imersão em PBS; 2) avaliar a interface cimento-dentina; 3) analisar o pH e a concentração de íons cálcio liberados a partir dos diferentes cimentos empregados.

Material e Métodos

O projeto de pesquisa foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos da Universidade Federal de Santa Catarina, sob número 133/07 (Anexo A). Foram utilizados 28 dentes humanos, unirradiculados, extraídos por motivos alheios a esta pesquisa e doados através do Termo de Consentimento Livre e Esclarecido.

A partir de cortes transversais realizados no terço médio da raiz com disco diamantado SBT (South Baytechnology, San Clemente, CA, U.S.A.) na máquina ISOMET 1000 Low Speed Saw (Buehler Ltda., São Paulo, SP, Brasil), foram obtidas 2 secções com 2 mm espessura. Em cada secção, o espaço do canal radicular foi ampliado com ponta esférica diamantada a fim de obter uma cavidade padronizada com 2 mm de diâmetro. Após a confecção das cavidades, as secções radiculares foram imersas em solução de EDTA 17% por 3 min e em solução de hipoclorito de

sódio 1% também por 3 min. Em seguida foram lavadas em água destilada durante 1 min e secas.

As secções radiculares foram divididas aleatoriamente em 5 grupos (n=11), e preenchidas com diferentes cimentos conforme descrito a seguir:

Grupo 1: ProRoot MTA (Dentsply, Tulsa Dental, Oklahoma, USA). Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,26 mL.

Grupo 2: MTA Branco (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, PR, Brasil). Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,26 mL.

Grupo 3: MTA BIO (Angelus). Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,18 mL.

Grupo 4: CP1 = Cimento Portland branco (Irajazinho, Votorantim, São Paulo, SP, Brasil) + 20% de óxido de bismuto (Seelze, Hannover, Alemanha). Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,26 mL.

Grupo 5: CP2 = Cimento Portland branco (Irajazinho) + 20% de óxido de bismuto (Seelze) + 10% cloreto de cálcio (Labsynth, Diadema, SP, Brasil). Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,18 mL.

Com a finalidade de registrar o pH e a concentração de íons cálcio liberados pela dentina, uma amostra (um disco), sem cimento, foi utilizado como grupo controle.

As proporções pó/líquido foram estabelecidas conforme Bortoluzzi (2007).

Imediatamente após o preenchimento, as amostras foram colocadas, individualmente, em recipientes plásticos identificados, contendo 15 mL de PBS (pH = 7,2), e mantidas em estufa a 37°C por 2 meses. A cada 5 dias, o PBS foi substituído.

Quantidade e composição química dos precipitados

A cada 5 dias, no momento da troca da solução, quando constatado que houve formação de precipitados, a superfície de 10 amostras foi suavemente raspada com uma espátula. Os precipitados coletados foram lavados com água destilada, secos em estufa a 37°C e pesados em balança analítica digital (Mettler PE 160). Os pesos dos precipitados, obtidos em gramas, foram registrados e avaliados estatisticamente pelos testes ANOVA e LSD. O valor crítico de significância estatística foi de 5%.

A composição química dos precipitados (uma amostra de cada grupo) foi determinada através de micro-análise por energia dispersiva (EDAX) em microscópio eletrônico de varredura (Philips SEM XL 30, Philips, Eindhoven, Netherlands). Foram realizadas 3 avaliações pontuais por amostra. Com a finalidade de analisar o aspecto ultra-estrutural, os precipitados foram fotografados com aumentos variáveis (125-8.000 X).

Análise da interface cimento-dentina

Decorridos os 2 meses de imersão em PBS, as amostras foram lavadas em água destilada por 2h e tratadas segundo metodologia empregada por Perdigão *et al.* (1999). As amostras foram fixadas durante 12h a 4°C em glutaraldeído 2,5% tamponado com solução fosfato 0,2 M. Na seqüência, foi realizada a lavagem em tampão fosfato 0,2 M durante 1h com 2 trocas, seguida de uma breve lavagem com água deionizada. A desidratação foi feita em concentrações ascendentes de álcool etílico. Em seguida, as amostras foram imersas em hexametildisilazano (HMDS) (Baker Ink, Kirwan, Qld, Austrália) durante 10 min.

Concluída a fixação e a desidratação, as amostras foram submetidas ao embutimento a frio com resina acrílica (Vigodent, São Paulo, SP, Brasil).

Após a polimerização da resina, cada uma das superfícies a ser avaliada foi lixada com lixa de carbetto de silício 1200, 1500, 2000 e polida com abrasivo à base de alumina de 1, 0,3 e 0,05 µm de granulação em lixadeira elétrica rotativa Politriz (APL-40, São Paulo, SP, Brasil). A cada troca de lixa e de abrasivo o corpo-de-prova foi lavado em água destilada e limpo em ultrassom (Termotrom, São Paulo, SP, Brasil) por 5 min.

Concluído o polimento, as amostras foram imersas em ácido clorídrico 6 M durante 30 s e logo após, lavadas em água deionizada. Depois, foram imersas em solução de hipoclorito de sódio 2% durante 10 min, e posteriormente, foi realizada a lavagem final em água deionizada pelo mesmo período de tempo. As amostras foram secas em estufa a 37° C durante 48h e em seguida fixadas em uma base cilíndrica de metal (*stubs*).

O conjunto foi recoberto com uma camada de ouro de 300 Å. Os espécimes foram examinados ao microscópio eletrônico de varredura (Philips SEM XL 30), operando com 15 Kv.

A região da interface cimento-dentina foi analisada em diferentes aumentos (15-3.000x) a fim de verificar se houve ou não a formação da intercamada. Quando constatada, a sua composição química por elementos foi determinada através de 3 avaliações pontuais por amostra, por meio de microanálise por energia dispersiva (EDAX). Os dados obtidos foram registrados, agrupados e avaliados estatisticamente pelo teste ANOVA e o teste LSD para comparações entre os grupos. O valor crítico de significância estatística foi de 5%.

Obtenção das medidas de pH e concentração de íons cálcio.

A solução tampão, substituída aos 5, 15, 25 e 35 dias, foi filtrada e armazenada em recipientes plásticos individuais, previamente tratados com ácido nítrico 5% v/v por 24h e lavados com água deionizada pelo mesmo período de tempo.

Imediatamente após a coleta da solução (PBS) em contato com as amostras, a determinação do pH foi feita através de um pH-metro (INSTRUTHERM, PH-1700, São Paulo, SP, Brasil). As leituras foram realizadas em 5 amostras de cada grupo, escolhidas aleatoriamente. As medidas foram registradas, agrupadas e avaliadas estatisticamente pelos testes ANOVA e LSD. O valor crítico de significância estatística foi de 5%.

As medidas de concentração de íons cálcio foram feitas em 3 amostras de cada grupo, escolhidas aleatoriamente, utilizando um espectrômetro de absorção atômica (HITACHI, Tóquio, TK, Japão), modelo Z -8230 Polarized Zeeman. Os dados foram registrados e submetidos à análise descritiva.

Com a finalidade de registrar o pH e a concentração de íons cálcio liberados pela dentina, uma amostra (um disco), sem cimento, também foi imersa em 15 mL de PBS por 2 meses e a solução substituída a cada 5 dias.

Resultados

Quantidade e composição química dos precipitados

A formação de precipitados teve início na primeira hora após a imersão das amostras em PBS e foi observada até 25 dias. O ProRoot MTA acumulou maior quantidade de precipitados quando comparado ao CP1 ($p < 0,001$) e ao CP2

($p=0,014$). O MTA BIO formou maior quantidade de precipitados do que o MTA Branco ($p=0,007$), CP1 ($p<0,001$) e CP2 ($p=0,001$) (Tabelas 1 e 2).

Nas amostras destinadas à análise da composição química, a observação em MEV revelou a presença de precipitados com diferentes morfologias (Fig. 1). Os resultados obtidos a partir das médias das 3 avaliações pontuais por amostra indicaram, principalmente, a presença de cálcio, fósforo, oxigênio e sódio (Fig. 2). Dependendo da área analisada foram encontradas diferentes proporções cálcio/fósforo (Ca/P). Os precipitados esféricos com prolongamentos agulheados (Fig. 2a) estavam compostos principalmente por cálcio e fósforo. Em menor quantidade foram identificados carbono e oxigênio. A razão molar Ca/P variou de 1,40 a 1,42. Os precipitados em forma de pétalas de flor (Fig. 2c) apresentaram composição química similar aos primeiros, com uma razão molar Ca/P de 1,41 a 1,55. Também foram observados precipitados mais compactos e aglomerados lembrando esponjas (Fig. 2e) com uma razão molar Ca/P de 1,60 a 1,63. Diferentemente dos primeiros, nestes foi detectada pequena quantidade de magnésio. Os espectros obtidos no EDAX, a partir das três formas de precipitados, são apresentados nas figuras 2b, 2d e 2f.

Interface cimento-dentina

Na visualização em MEV foi possível distinguir cimento, intercamada e dentina (Fig. 3a). A intercamada foi identificada em todas as amostras dos grupos experimentais e independentemente do grupo apresentou tamanho e forma irregulares. Na tabela 3, encontram-se resumidos os dados obtidos a partir das médias das 3 avaliações pontuais por amostra, referentes à composição química dos cimentos, da intercamada e da dentina.

Em todas as amostras foram observadas pequenas áreas de separação entre o cimento e a intercamada. Nas amostras dos grupos 4 e 5, em algumas regiões, foi possível observar áreas de separação entre a intercamada e a dentina.

Os cimentos Portland (CP1 e CP2) apresentaram maior quantidade de alumínio e enxofre do que as formas comerciais do MTA ($p<0,001$). O ProRoot MTA apresentou maior quantidade de alumínio e ferro quando comparado ao MTA Branco ($p<0,001$). O MTA BIO apresentou maior quantidade de alumínio do que o MTA Branco ($p<0,001$).

A intercamada mostrou constituição diferente da dos cimentos, sendo composta principalmente por íons cálcio e fósforo. A razão molar Ca/P variou de 1,54 a 1,63.

A partir da intercamada foram observados prolongamentos que se estendiam para o interior dos túbulos dentinários (Fig. 3b). Dependendo do grupo, os prolongamentos apresentaram diferentes morfologias e densidades. Assim na análise das fotomicrografias (250X), áreas representativas de cada amostra foram selecionadas e receberam os seguintes escores (modificado de Ferrari *et al.* 2001; Vichi *et al.* 2002a) (Fig. 4).

0: sem prolongamentos.

1: prolongamentos curtos e em menor densidade.

2: prolongamentos em maior densidade sem ramificações laterais.

3: prolongamentos longos e em maior densidade com ramificações laterais.

Fotomicrografias a maiores aumentos foram realizadas com a finalidade de documentar a morfologia dos prolongamentos e das ramificações laterais.

Os escores registrados e agrupados foram avaliados estatisticamente pelos testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney. O valor crítico de significância estatística foi de 5%. Os resultados são apresentados na tabela 4.

O MTA BIO, o ProRoot MTA e o MTA branco apresentaram os maiores escores médios, ou seja, apresentaram prolongamentos mais longos e em maior densidade quando comparados aos dos outros grupos (Fig. 5, 6 e 7). Nas amostras dos grupos 1, 2 e 3 foi possível observar a presença de ramificações laterais a partir dos prolongamentos. As amostras dos grupos 4 (CP1) e 5 (CP2) apresentaram prolongamentos mais curtos e em menor densidade (Fig. 8, 9). Houve diferença significativa quando comparado o CP2 ao ProRoot MTA ($p=0,040$) e ao MTA BIO ($p=0,002$) (Tabela 5).

A intercamada, os prolongamentos e a dentina apresentaram composição semelhante, exceto pela maior quantidade de fósforo presente nos prolongamentos ($p=0,008$) e a ausência de sílica na dentina ($p=0,275$).

pH e concentração de íons cálcio

A tabela 6 apresenta a média dos valores de pH das soluções em contato com as amostras dos grupos experimentais. Independentemente do grupo, o pico do pH foi registrado no quinto dia (de 9,4 a 11,0). No décimo quinto dia, houve uma

queda em todas as amostras (de 8,8 a 7,7). Nos períodos subseqüentes (25 e 35 dias), os níveis de pH permaneceram relativamente estáveis (de 7,4 a 7,7). As amostras do grupo 3 (MTA BIO) apresentaram o pH mais alto em todos os intervalos. O pH da solução em contato com o disco de dentina permaneceu em 7,2 durante todo o período de avaliação.

A tabela 7 apresenta a média e a somatória da concentração de íons cálcio. No geral, as amostras do Grupo 3 (MTA BIO) liberaram maior quantidade de íons cálcio durante todo o período experimental (35 dias). Apesar da diferença entre as concentrações, foi possível perceber um padrão semelhante entre os grupos. Houve um aumento considerável do quinto ao décimo quinto dia, a partir do qual foi gradativamente diminuindo até o vigésimo quinto dia, quando se manteve estável até o final do experimento. Na solução em contato com o disco de dentina vazio, foi possível detectar pequenas concentrações de íons cálcio nas amostras colhidas em todos os períodos experimentais.

Discussão

O objetivo deste estudo foi analisar a interação dos diferentes cimentos com a dentina após a imersão em PBS. Foram avaliadas a quantidade e a composição química do precipitado formado, a interface cimento-dentina, o pH e a liberação de íons cálcio.

A formação de precipitados teve início na primeira hora pós-imersão. Aos 5 dias, a superfície das amostras apresentava-se inteiramente recoberta. Estas observações reforçam os achados de Sarkar *et al.* (2005), Bozeman *et al.* (2006) e Tay *et al.* (2007). Sarkar *et al.* (2005) e Bozeman *et al.* (2006) caracterizaram os precipitados como sendo hidroxiapatita, enquanto Tay *et al.* (2007) reportaram a formação de apatita carbonatada.

A avaliação ultraestrutural e a análise química pontual em MEV, permitiram verificar a presença de precipitados com diferentes formas e proporções Ca/P. Em maior quantidade foram observados precipitados esféricos com prolongamentos agulheados (“*aciculars*”). Tay *et al.* (2007) também observaram esse tipo de formação 10 dias após a imersão do cimento Portland branco em PBS. Segundo os autores esses precipitados estão presentes durante a transformação do fosfato de cálcio em apatita, a qual é pH dependente. A ocorrência dos prolongamentos aciculares é consequência da atividade superficial das apatitas, ou seja, elas

incorporam e substituem elementos na sua estrutura, que resultam em alterações morfológicas (Aparecida *et al.* 2007). Os precipitados em forma de pétalas de flor (“*nano-sized flaky crystalites*”) e os compactos lembrando esponjas (“*dune-like layer*”), ainda não foram reportados na literatura quando do emprego do MTA e do cimento Portland. Precipitados em forma de pétalas de flor foram observados na superfície de materiais recobertos por hidroxiapatita 14 dias após a sua imersão em PBS (Weng *et al.* 1997; Knor *et al.* 2003; Shucong *et al.* 2005). Já os precipitados compactos tipo esponjas foram observados, no período de 4 a 28 dias recobrendo materiais a base de silicato tricálcico imersos em PBS (Zhao *et al.* 2005). A quantidade, o tamanho e a morfologia dos precipitados podem estar na dependência do tempo de contato dos cimentos com o PBS (Knor *et al.* 2003).

A observação das diferentes formas ultra-estruturais, somada aos resultados da análise da composição química e da proporção Ca/P dos precipitados nos permite deduzir que são formações de apatita carbonatada.

A apatita carbonatada é também conhecida como apatita biológica (Tadic *et al.* 2002). Ela compõe a fase mineral do tecido duro (osso, dentina e cimento), porém, não apresenta a mesma composição química da hidroxiapatita teórica - $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. A apatita carbonatada contém pequenas quantidades de magnésio, sódio, fosfato, flúor e cloro e apresenta a seguinte fórmula: $(\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Na})_{10}(\text{PO}_4 \text{ HPO}_4 \text{ CO}_3)_6(\text{OH})_2$ (Tay *et al.* 2007).

Na análise da composição química dos precipitados foi detectada a presença de sódio, cloro e magnésio (Fig.2b, 2d, 2f). Esses elementos, especialmente o magnésio, são incorporados na estrutura dos precipitados substituindo o cálcio durante a formação de apatita biológica (Martinez *et al.* 2000).

Segundo Aparecida *et al.* (2007), em pH fisiológico a formação de apatita carbonatada pode ser descrita como um processo que ocorre em duas etapas. Na primeira, a razão Ca/P dos precipitados é inferior a 1,5 e está associada a um aumento no pH da solução. Na segunda, há um aumento na razão Ca/P e queda do pH. Como observado no início deste estudo, os valores de pH (11,0-9,4) indicaram alcalinização da solução. Na leitura do pH do décimo quinto dia foi observada uma queda do pH (8,8-7,7), fato que pode ser atribuído à incorporação dos íons OH^- , liberados pelos cimentos, à estrutura da apatita (Martinez *et al.* 2000; Tay *et al.* 2007).

Com base nestas informações, é possível deduzir que inicialmente é formada uma fase de fosfato de cálcio, a qual atua como precursora da fase secundária durante a qual é formada a apatita carbonatada.

A bioatividade é uma expressão que descreve os efeitos benéficos de um material implantado em tecido vivo. A capacidade do material de interagir com o tecido permite a integração do biomaterial ao ambiente receptor. Quando um material bioativo é implantado, uma série de reações bioquímicas e biofísicas ocorre na interface implante-tecido, resultando na formação de uma camada de apatita carbonatada (Hench 1991). A bioatividade do MTA e do cimento Portland pode ser, então, atribuída a sua capacidade de formar apatita carbonatada, importante na formação e manutenção da interface material-tecido ósseo (Yu *et al.* 2005; Zhao *et al.* 2005). Isso pode explicar o potencial do MTA de estimular o reparo e promover a deposição de tecido mineralizado. Como a formação da apatita foi confirmada na superfície dos 5 cimentos testados, todos eles podem ser considerados cimentos bioativos.

As amostras de todos os grupos revelaram a formação de uma intercamada na interface cimento-dentina, constituída principalmente por cálcio, fósforo, carbono e oxigênio. Esta composição, similar a dos precipitados, sugere que a constante formação de apatita carbonatada colabora com a penetração e compactação dos precipitados nos espaços entre o cimento e a dentina (Sarkar *et al.* 2005).

Este estudo, além da presença da intercamada já identificada por Sarkar *et al.* (2005), reporta a formação de prolongamentos que têm origem na intercamada e se estendem para o interior dos túbulos dentinários, semelhantes aos “tags” reportados na interface resina-dentina (Ferrari *et al.* 2001; Vichi *et al.* 2002a; Vichi *et al.* 2002b; Grandini *et al.* 2004). Na microanálise por energia dispersiva, os prolongamentos, apesar de apresentarem maior quantidade de íons sílica, revelaram composição química similar à intercamada e à dentina.

Diante deste achado, uma hipótese deve ser considerada. Sabe-se que para gerar um mecanismo de adesão à dentina é necessário um material com moléculas hidrofílicas, com afinidade pela umidade própria do tecido (Kugel & Ferrari 2000). Alguns autores reportaram que o MTA (Sarkar *et al.* 2005; Bhambra *et al.* 2007) e o silicato tricálcico (Zhao *et al.* 2005), principal componente do MTA e do cimento Portland, quando em contato com PBS, têm a capacidade de dissolver alguns de seus componentes no meio, principalmente cálcio, sílica e magnésio, os quais teriam

sua difusão facilitada pela permeabilidade dentinária. No interior dos túbulos, os íons cálcio reagiriam com os grupos fosfatos provenientes do PBS, precipitando inicialmente fosfato de cálcio. Em seguida, os precipitados de fosfato de cálcio incorporariam outros elementos na sua estrutura, evoluindo até a formação da apatita carbonatada. A constante formação dos precipitados ajudaria, não somente na formação da intercamada, como também favoreceria a formação dos prolongamentos. Esse mecanismo, teoricamente, na fase inicial já poderia propiciar a retenção do cimento na dentina, mediante um processo de microembricamento mecânico. Yuan *et al.* (2000) afirmaram que um material com a capacidade de precipitar apatita na sua superfície, e que se encontre justaposto a um tecido calcificado, pode formar uma adesão química entre a camada e o tecido. Assim, o processo de adesão entre o MTA ou cimento Portland e a dentina não seria somente mecânico, mas envolveria um processo contínuo de intercâmbio iônico entre o cimento, o PBS e a dentina, o qual seria responsável pela adesão química sugerida por Sarkar *et al.* (2005).

É preciso considerar que, previamente ao preenchimento com os diferentes cimentos, as secções de dentina foram tratadas com soluções de EDTA 17% e de hipoclorito de sódio 1%. As soluções promoveram a remoção do smear layer e desobstruíram as entradas dos túbulos dentinários (Teixeira *et al.* 2005), permitindo a formação dos precipitados e conseqüentemente dos prolongamentos no seu interior.

A relação desses prolongamentos com a retenção do material e a efetividade do selamento marginal ainda não está definido e será alvo de futura investigação.

A formação de prolongamentos mais longos e a presença de ramificações laterais evidenciaram a maior capacidade de difusão dos componentes dos cimentos, penetrando inclusive nos canalículos (intercomunicações tubulares). Apesar de todos os cimentos terem proporcionado a formação da intercamada e dos prolongamentos, cabe ressaltar que as amostras do ProRoot MTA, do MTA Branco e do MTA BIO apresentaram ramificações laterais nos prolongamentos. No entanto, o cimento Portland com ou sem aditivo apresentou prolongamentos mais curtos e em menor densidade. Esses achados sugerem que, por algum motivo, os componentes iônicos das duas formas experimentais do cimento Portland não conseguiram difundir tão profundamente na dentina quanto os dos MTAs. Uma possível explicação pode estar no fato de que os cimentos Portland (CP1 e CP2) liberaram

uma menor quantidade de íons cálcio que precipitaram antes de uma efetiva difusão pelos túbulos e os canalículos.

Estudos prévios mostraram que formas comerciais do MTA e do cimento Portland conseguem liberar íons cálcio por 48 (Bortoluzzi 2007) e 168 h (Duarte *et al.* 2003). Neste estudo foi possível observar a liberação de íons cálcio por até 35 dias. Quando avaliada a média da concentração de íons cálcio, o cimento Portland com adição de cloreto (CP2) liberou maior quantidade nos primeiros cinco dias, quando comparado ao seu homólogo (CP1). No entanto, nos períodos subseqüentes e no somatório do período de avaliação (35 dias) a concentração de íons cálcio foi semelhante para os dois materiais.

É sabido que a dissolução iônica é um passo primordial para a precipitação de apatita (Knor *et al.* 2003). Segundo Weng *et al.* (1997) a formação e a nucleação de apatita são proporcionais à concentração de íons presentes no meio. O ProRoot MTA e o MTA BIO liberaram maior quantidade de íons cálcio e, conseqüentemente, promoveram uma maior formação de precipitados, os quais parecem ter influenciado positivamente a formação da intercamada e dos prolongamentos.

A capacidade de precipitar maior quantidade de apatita carbonatada pode ser significativa sob o ponto de vista do selamento marginal. Como evidenciado neste estudo o melhor desempenho do ProRoot MTA e do MTA BIO, quanto à formação dos precipitados, da intercamada e dos prolongamentos, sugere que esses cimentos podem apresentar um melhor selamento marginal quando comparados a outros materiais. Estudos estão sendo conduzidos para avaliar a influência da intercamada e dos prolongamentos no selamento marginal e na resistência de união dos cimentos à dentina.

Conclusões

Os cimentos ProRoot MTA, MTA Branco, MTA BIO e Portland branco se mostraram bioativos, ou seja, dissolveram alguns de seus componentes no meio e propiciaram a formação de precipitados de apatita carbonatada, os quais promoveram a formação de uma intercamada na interface cimento-dentina com prolongamentos que penetraram nos túbulos dentinários. Os cimentos proporcionaram uma elevação do pH e liberaram íons cálcio por até 35 dias. O ProRoot MTA e o MTA BIO formaram maior quantidade de precipitados, geraram os valores de pH mais altos e a maior concentração de íons cálcio em todos os períodos de avaliação.

Referências

- Abdullah D, Pittford TR, Papaioannou S, Nicholson J, McDonald F (2002) An evaluation of accelerated Portland cement as a restorative material. *Biomaterials* **23**, 4001-10.
- Al-Hezaimi K, Naghshbandi J, Oglesby S, Simon J H, Rotstein I (2006) Human saliva penetration of root canals obturated with two types of mineral trioxide aggregate cements. *Journal of Endodontics* **32**, 425-8.
- Aparecida HA, Lia Fook MV, dos Santos ML, Guastaldi AC (2007) Estudo da influencia dos ions K^+ , Mg^{2+} , SO_4^{2-} and CO_3^{2-} na cristalizacao biomimetica de fosfato de cálcio amorfo (acp) e fosfato octacálcico (OCP). *Química Nova* **30**, 892-6.
- Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, Brink F (2005) Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate. *Journal of Endodontics* **31**, 101-03.
- Bhambra J, Chou LL, Hutter JW (2007) The dissolution of Ca and Si ions from mineral trioxide aggregate (MTA) and two modified versions of MTA in culture medium. (Abstract) *Journal of Endodontics* (Suppl OR 15), 332.
- Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Garcia RB, Moraes IG, Bernardineli NR (2006a) Sealing ability of MTA and radiopaque portland cement with or without calcium chloride for root end filling. *Journal of Endodontics* **32**, 897-900.
- Bortoluzzi EA, Broon NJ, Duarte MAH, Demarchki ACCO, Bramante CM (2006b) The use of a setting accelerator and its effect on pH and calcium ion release of mineral trioxide aggregate and white Portland cement. *Journal of Endodontics* **32**, 1194-7.
- Bortoluzzi, EA (2007) Influência do cloreto de cálcio na toma de presa, solubilidade, desintegração, pH e atividade antimicrobial do MTA e do cimento Portland com radioopacificador [Tese de Doutorado]. Araraquara, Brasil: Universidade de São Paulo.
- Bozeman TB, Lemon RR, Eleazer PD (2006). Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. *Journal of Endodontics* **32**, 425-8.
- Camilleri J, Pittford TR (2006) Mineral trioxide aggregate: a review of the constituents and biological properties of the material. *International Endodontic Journal* **39**, 747-54.
- Dammaschke T, Gerth HU, Zuchner H, Schafer E (2005) Chemical and physical surface and bulk material characterization of white ProRoot MTA and two Portland cements. *Dental Materials* **21**, 731-8.
- De-Deus G, Coutinho-Filho T (2007) The use of white Portland cement as an apical plug in a tooth with a necrotic pulp and wide-open apex: a case report. *International Endodontic Journal* **40**, 653-60.

De-Deus G, Reis C, Brandão C, Fidel S, Fidel RA (2007) The ability of Portland cement, MTA and MTA Bio to prevent through and through fluid movement in repaired furcal perforations. *Journal of Endodontics* **33**, 1374-77.

Duarte MA, Demarchi AC, Yamashita JC, Kuga MC, Fraga S de C (2003) pH and calcium ion release of 2 root-end filling materials. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontology* **95**, 345-7.

Estrela C, Bammann LL, Estrela CR, Silva RS, Pécora JD (2000) Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. *Brazilian Dental Journal* **11**, 3-9.

Felippe WT, Felipe MCS, Rocha MJC (2006) The effect of mineral trioxide aggregate on the apexification and periapical healing of teeth with incomplete root formation. *International Endodontic Journal* **39**, 2-9.

Ferrari M, Vichi A, Grandini S (2001) Efficacy of different techniques on bonding to root canal walls: an SEM investigation. *Dental Materials* **17**, 422-9.

Grandini S, Sapio S, Goracci C, Monticelli F, Ferrari M (2004) A one step procedure for luting glass fibre posts: an SEM evaluation. *International Endodontic Journal* **37**, 679-86.

Hachmeister DR, Schindler WG, Walker III WA, Thomas DD (2002) The sealing ability and retention characteristics of mineral trioxide aggregate in a model of apexification. *Journal of Endodontics* **28**, 386-90.

Hench LL (1991) Bioceramics: from concepts to clinic. *Journal of American Ceramics Society* **74**, 1487-510.

Knor KA, Li H, Cheang P, Boey SY (2003) In vitro behavior of HVOF sprayed calcium phosphate splats and coatings. *Biomaterials* **24**, 723-35.

Kugel G, Ferrari M (2000) The science of bonding: from first to sixth generation. *Journal of the American Dental Association* **131**, 20-5.

Martin RL, Monticelli F, Brackett WW, et al. (2007) Sealing properties of mineral trioxide aggregate orthograde apical plugs and root fillings in an in vitro apexification model. *Journal of Endodontics* **33**, 272-5.

Martinez-Pérez CA, Martinez-Villafane A, Romero-Garcia J (2000) Hidroxiapatite formation in polymeric surfaces by a biomimetic method. *Revista Mexicana de Ingeniería Biomedica* **21**, 137- 41.

Menezes R, Bramante CM, Letra A, Carvalho VG, Garcia RB (2004) Histologic evaluation of pulpotomies in dog using two types of mineral trioxide aggregate and regular and white Portland cements as wound dressings. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontology* **98**, 376-9.

Perdigão J, Van Meerbeek B, Lopes MM, Ambrose WW (1999) The effect of a re-wetting agent on dentin bonding. *Dental Materials* **15**, 282-95.

Saidon J, He J, Zhu Q, Safavi K, Spanberg LS (2003) Cell and tissue reactions to mineral trioxide aggregate and Portland cement. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontology* **95**, 483-9.

Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyena R, Kawashima I (2005) Physiochemical basis of the biologic properties of Mineral Trioxide Aggregate. *Journal of Endodontics* **31**, 97-100.

Shucong YU, Kithva PH, Rajendra K, Philip C, Knor KA (2005) In vitro apatite formation and its growths kinetics on hydroxiapatite/polyetheretherketone biocomposites. *Biomaterials* **26**, 2343-52.

Sluyk SR, Moon PC, Hartwell GR (1998) Evaluation of setting properties and retention characteristics of mineral trioxide aggregate when used as a furcation perforation repair material. *Journal of Endodontics* **24**, 768-71.

Steenbecker G (2003) Dental adhesion fundamentals. In: Henostroza G, ed. Adhesion in restorative dentistry, 20a edn; pp. 27-53. Curitiba, Brasil: Maio.

Tadic D, Peters F, Epple M (2002) Continuous synthesis of amorphous carbonated apatites. *Biomaterials* **23**, 2553-9.

Tay F.R, Pashley DH, Rueggeberg FA, Loushine RJ, Weller RN (2007) Calcium phosphate phase transformation produced by the interaction of the Portland cement component of white mineral trioxide aggregate with a phosphate-containing fluid. *Journal of Endodontics* **33**, 1347-51.

Teixeira C.S., Felipe M C, Felipe WT (2005) The effect of application time of EDTA and NaOCl on intracanal smear layer removal: an SEM analysis. *International Endodontic Journal* **38**, 285-90.

Torabinejad M., Chivian N. (1999) Clinical applications of mineral trioxide aggregate. *Journal of Endodontics* **25**, 197-205.

Torabinejad M, Watson TF, Pitt Ford TR (1993) Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *Journal of Endodontics* **19**, 591-5.

Torabinejad M, Rastegar AF, Kettering JD, Pitt Ford TR (1995) Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as a root-end filling material. *Journal of Endodontics* **21**, 109-12.

Tziafas D, Pantelidou O, Alvanou A, Belibasakis G, Papadimitriou S (2002) The dentinogenic effect of mineral trioxide aggregate (MTA) in short-term capping experiments. *International Endodontic Journal* **35**, 245-54.

Vichi A, Grandini S, Davidson CL, Ferrari M (2002a) An SEM evaluation of several adhesive systems used for bonding fibre posts under clinical conditions. *Dental Materials* **18**, 495–502.

Vichi A, Grandini S, Ferrari M (2002b) Comparison between two clinical procedures for bonding fibre posts into a root canal: a microscopic investigation. *Journal of Endodontics* **28**, 355–60.

Weng J, Liu Q, Wolke JG, Zhang X, deGroot K (1997) Formation and characteristics of the apatite layer on plasma sprayed hydroxiapatite coatings in simulated body fluid. *Biomaterials* **18**, 1027-35.

Yu S, Hariram KP, Kumar R, Cheang P, Aik KK (2005) In vitro apatite formation and its growth kinetics on hydroxyapatite/polyetheretherketone biocomposites. *Biomaterials* **26**, 2343-52.

Yuan H, Li Y, de Bruijn JD, de Groot R, Zhang X (2000) Tissue responses of calcium phosphate cement: a study in dogs. *Biomaterials* **21**, 1283-90.

Zhao W, Wang J, Zhai W, Wang Z, Chang J (2005) The self-setting properties and in vitro bioactivity of tricalcium silicate. *Biomaterials* **26**, 6113-21.

Tabela 1 – Valores do peso total (gramas) dos precipitados formados pelos cimentos.

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão
ProRoot MTA	10	0,08	0,08	0,07	0,09	0,01
MTA Branco	10	0,07	0,07	0,05	0,08	0,01
MTA BIO	10	0,10	0,09	0,03	0,16	0,04
CP1	10	0,04	0,04	0,02	0,13	0,03
CP2	10	0,06	0,05	0,04	0,09	0,01

Tabela 2 – Valores de p nas comparações dos grupos dois a dois em relação ao peso dos precipitados.

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2
ProRoot MTA	0,106	0,256	<0,001*	0,014*
MTA Branco		0,007	0,040*	0,372
MTA BIO			<0,001*	0,001*
CP1				0,230

*Indicam significância estatística

Tabela 3 - Composição semiquantitativa por elementos (peso percentual) dos cimentos, da intercamada (IC), dos prolongamentos (P) e da dentina (D).

	Ca	P	Al	Si	Bi	Fe	Mg	O	S	C	Na
ProRoot MTA	24,40	0,89	7,18	21,97	13,96	9,02	2,90	17,83	1,30	6,34	0,14
MTA Branco	22,99	0,50	4,06	25,94	13,68	0,06	2,38	12,51	1,81	16,49	0,74
MTA BIO	25,07	0,37	6,33	22,88	18,54	0,46	1,01	11,96	0,39	12,35	0,58
CP1	16,88	0,03	7,09	28,40	7,47	1,10	12,65	12,18	5,48	9,93	0,24
CP2	20,99	0,36	7,98	22,87	8,17	1,65	9,43	12,18	5,47	9,93	0,98
IC	44,33	8,69	1,04	3,26	1,53	0,25	0,97	14,98	0,00	24,49	0,86
P	37,81	14,87	0,89	7,86	0,00	0,00	0,58	21,01	0,00	16,00	0,21
D	45,50	12,91	0,26	1,01	0,00	0,00	0,62	19,73	0,00	10,96	0,02

Tabela 4 – Valores dos escores atribuídos aos prolongamentos.

Grupos	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão
ProRoot MTA	2,57	3	1	3	0,79
MTA Branco	2,20	2	1	3	0,84
MTA BIO	2,78	3	2	3	0,44
CP1	2,00	2	1	3	0,71
CP2	1,75	2	1	2	0,46

Tabela 5 – Valores de p nas comparações dos grupos dois a dois em relação aos escores dos prolongamentos.

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2
ProRoot MTA	0,432	0,758	0,202	0,040*
MTA Branco		0,240	0,690	0,354
MTA BIO			0,060	0,002*
CP1				0,622

*Indicam significância estatística

Tabela 6 – Valores do pH da solução em contato com as amostras dos diferentes grupos.

Grupos	5° dia	15° dia	25° dia	35° dia
ProRoot MTA	10,4	8,8	7,7	7,6
MTA Branco	10,7	8,6	7,6	7,6
MTA BIO	11,0	8,8	7,9	7,7
CP1	9,6	7,9	7,5	7,4
CP2	9,4	7,7	7,6	7,6
Disco de dentina	7,2	7,2	7,2	7,2

Tabela 7 – Valores da concentração de íons cálcio (mg/L) obtidos a partir da solução em contato com as amostras dos diferentes grupos.

Grupos	5° dia	15° dia	25° dia	35° dia	Total
ProRoot MTA	4,74	7,40	4,54	3,40	20,08
MTA Branco	2,10	6,93	4,09	3,34	16,45
MTA BIO	3,09	21,48	7,47	4,85	36,89
CP 1	1,67	6,32	3,85	3,58	15,40
CP 2	3,05	7,09	3,51	2,27	15,92
Disco de dentina	1,39	1,15	1,43	1,12	5,09

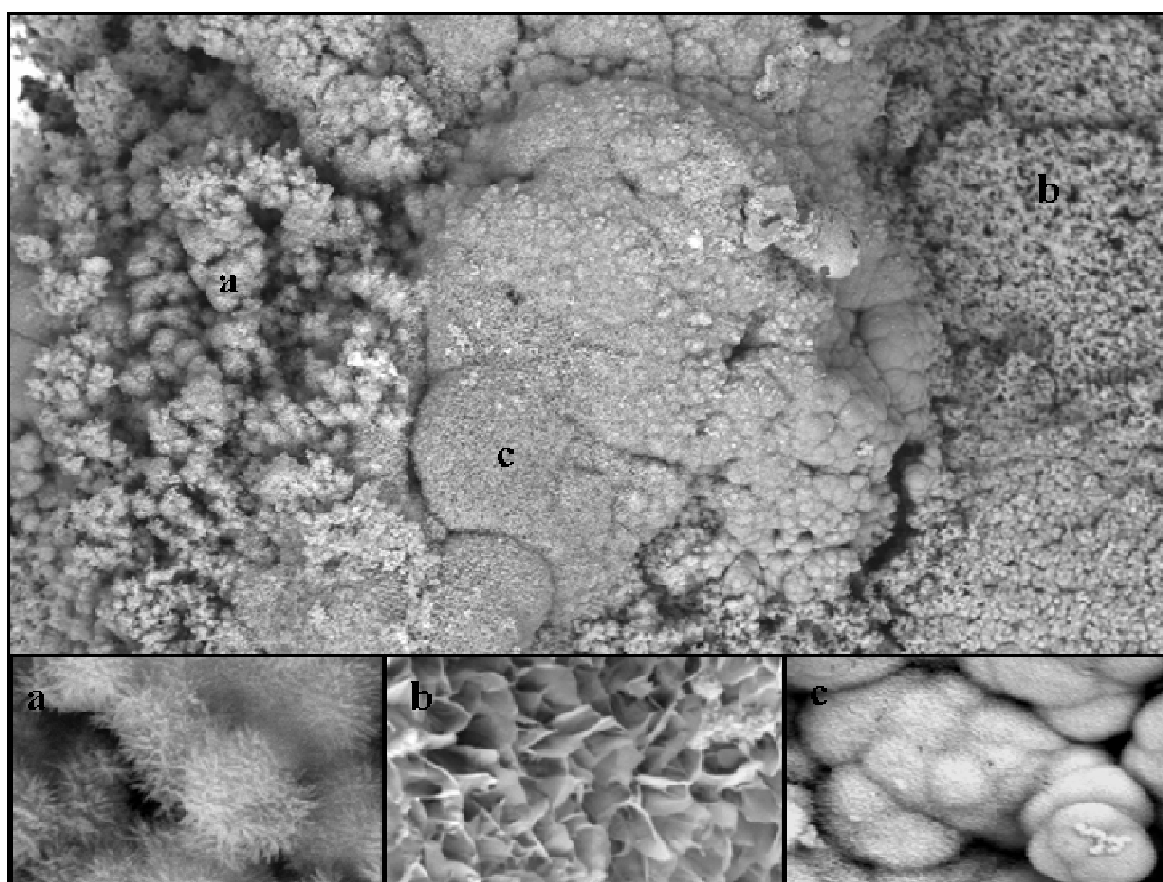


Figura 1 – Imagem de fotomicrografia do precipitado. Observar a presença de diferentes formas estruturais do precipitado. a) Esféricos com prolongações agulheadas (4000X). b) Pétalas de flor (1000X). c) Compactos tipo esponja (500X).

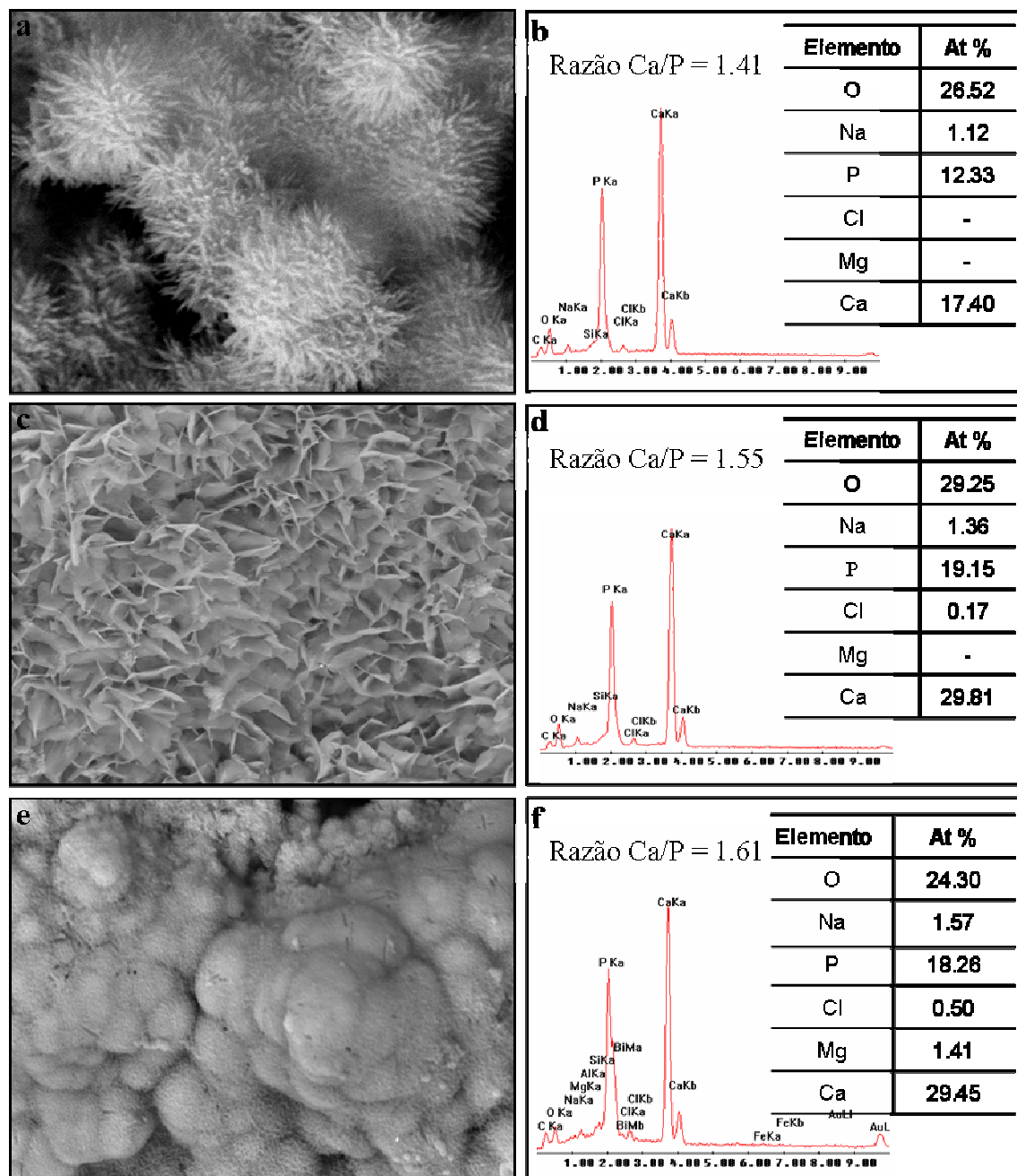


Figura 2 - (a, c, e) Imagens de fotomicrografias das 3 diferentes formas ultra-estruturais do precipitado. (b, d, f) Espectro de EDAX revelando a composição química e a proporção Ca/P.

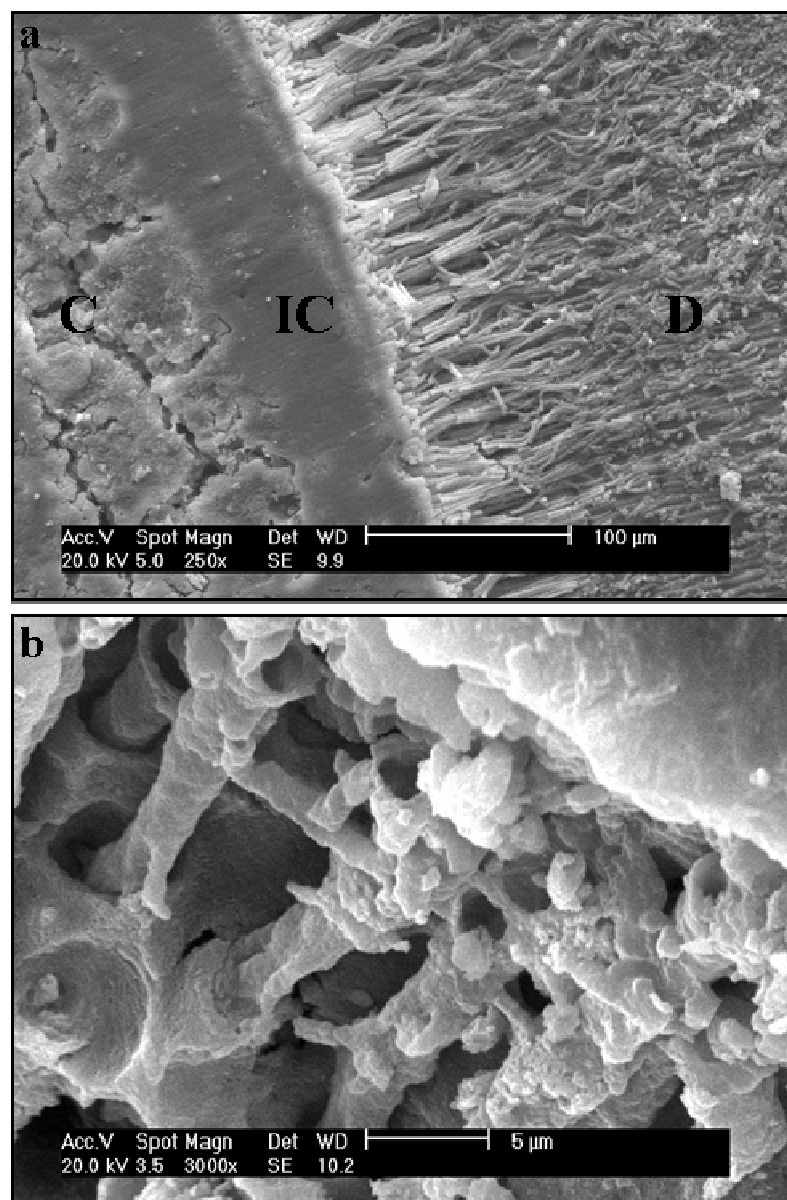


Figura 3 – Imagens de fotomicrografias, evidenciando em (a): o cimento (C), a intercamada (IC) e a dentina (D). Em (b) observar a penetração dos prolongamentos nos túbulos dentinários.

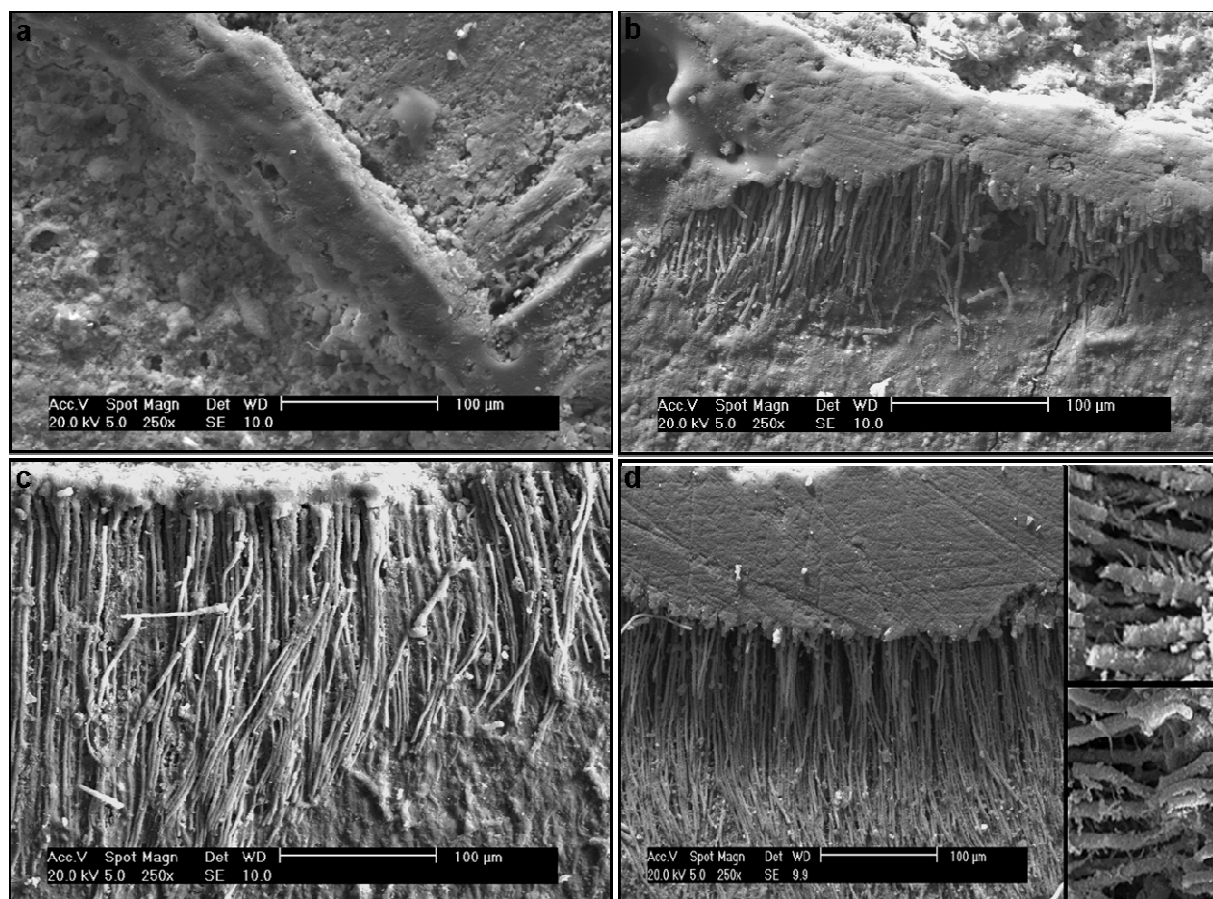


Figura 4 – Imagens de fotomicrografias representativas dos escores atribuídos às amostras em função da morfologia e da densidade dos prolongamentos. (a) Escore 0. (b) Escore 1. (c) Escore 2. (d) Escore 3.

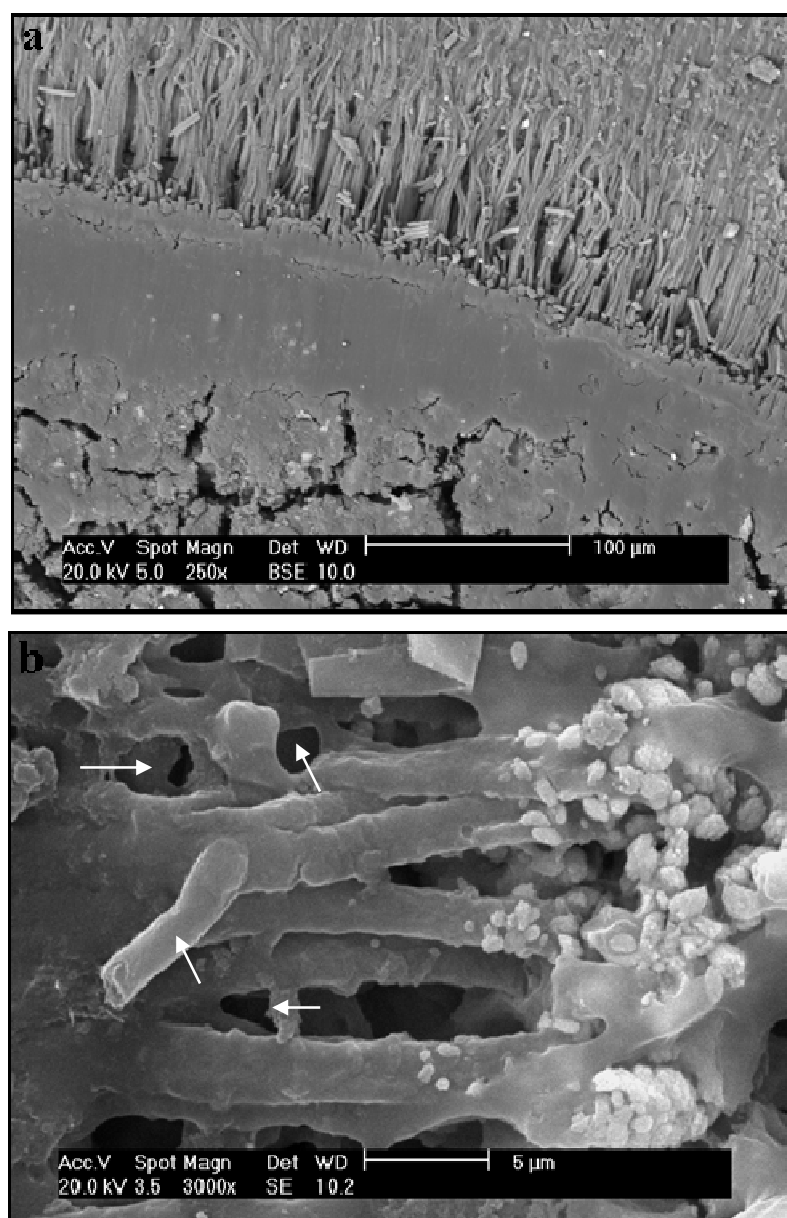


Figura 5 – Imagens de fotomicrografias da interface ProRoot MTA-dentina. Observar em (a) a densidade dos prolongamentos e, em maior aumento (b), a presença de ramificações laterais (setas).

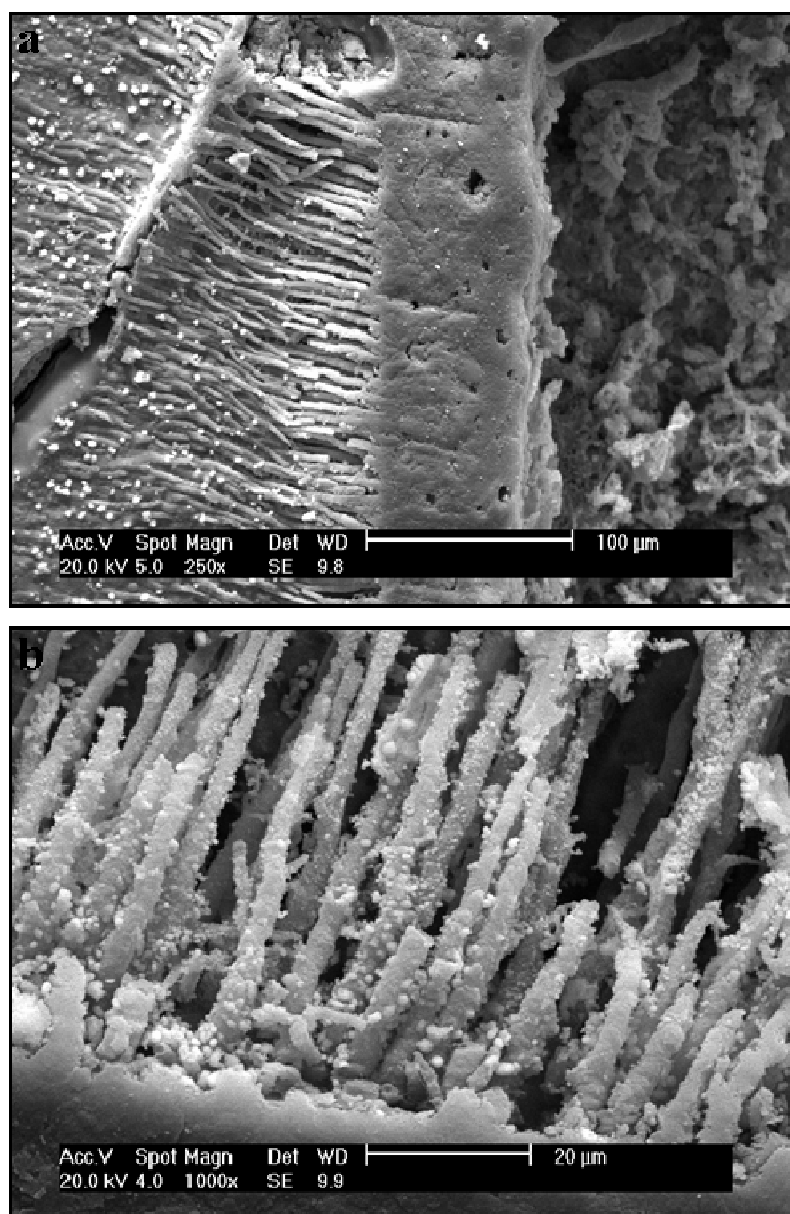


Figura 6 – Imagens de fotomicrografias da interface MTA Branco-dentina. Observar em (a) e (b) a densidade dos prolongamentos.

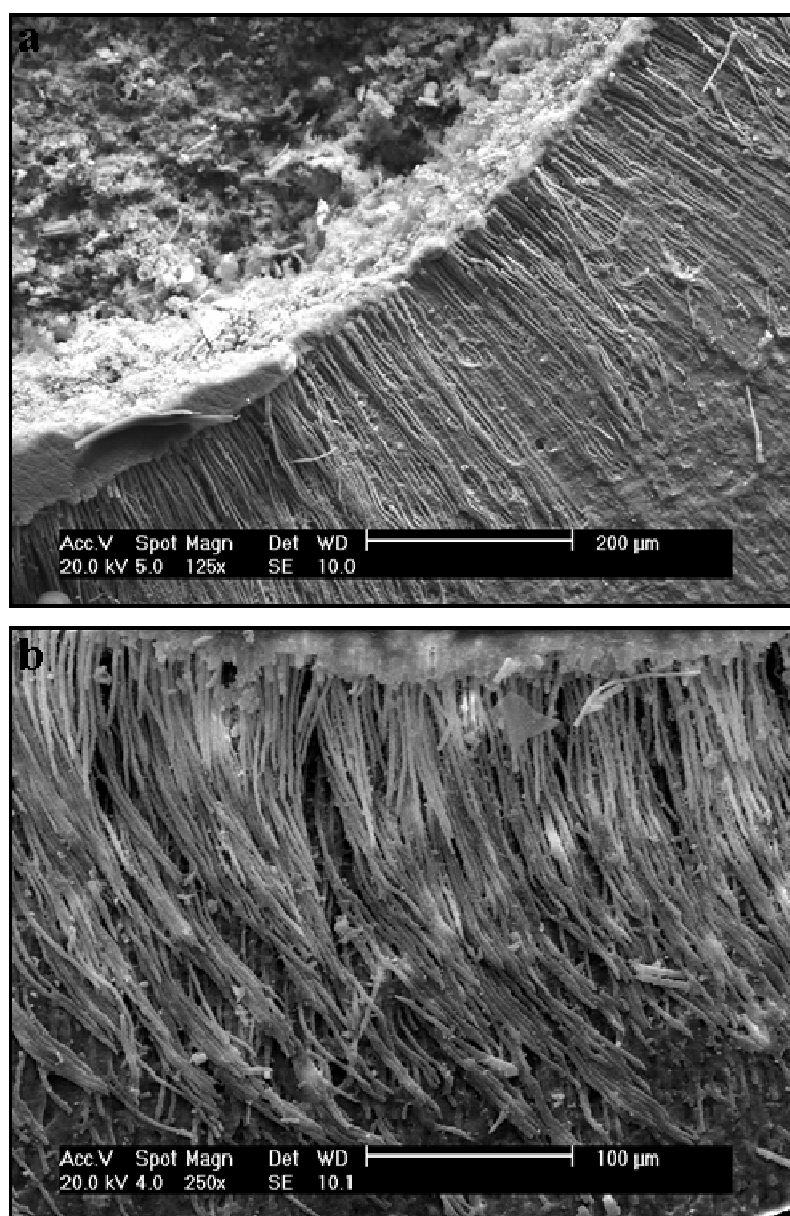


Figura 7 – Imagens de fotomicrografias da interface MTA BIO-dentina. Observar em (a) e (b) a densidade e o comprimento dos prolongamentos.

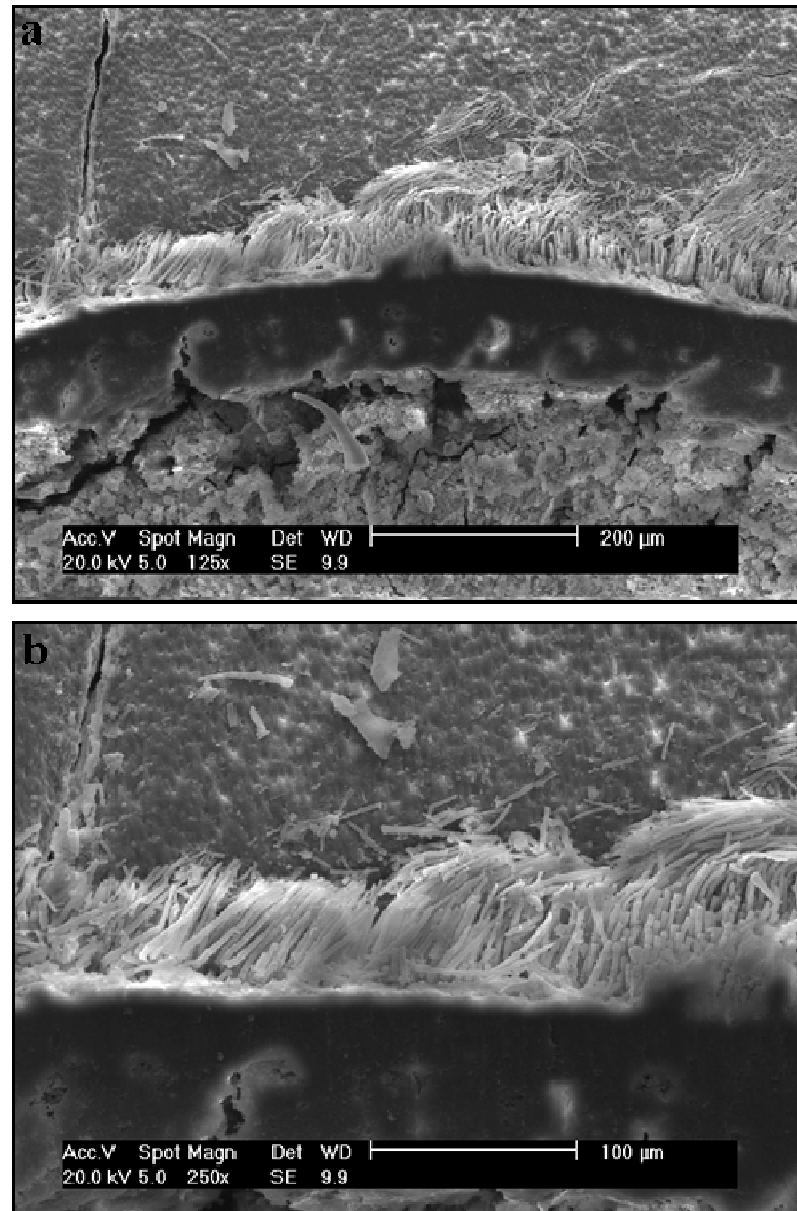


Figura 8 – Imagens de fotomicrografias da interface CP1-dentina. Observar em (a) e (b) a presença de prolongamentos mais curtos.

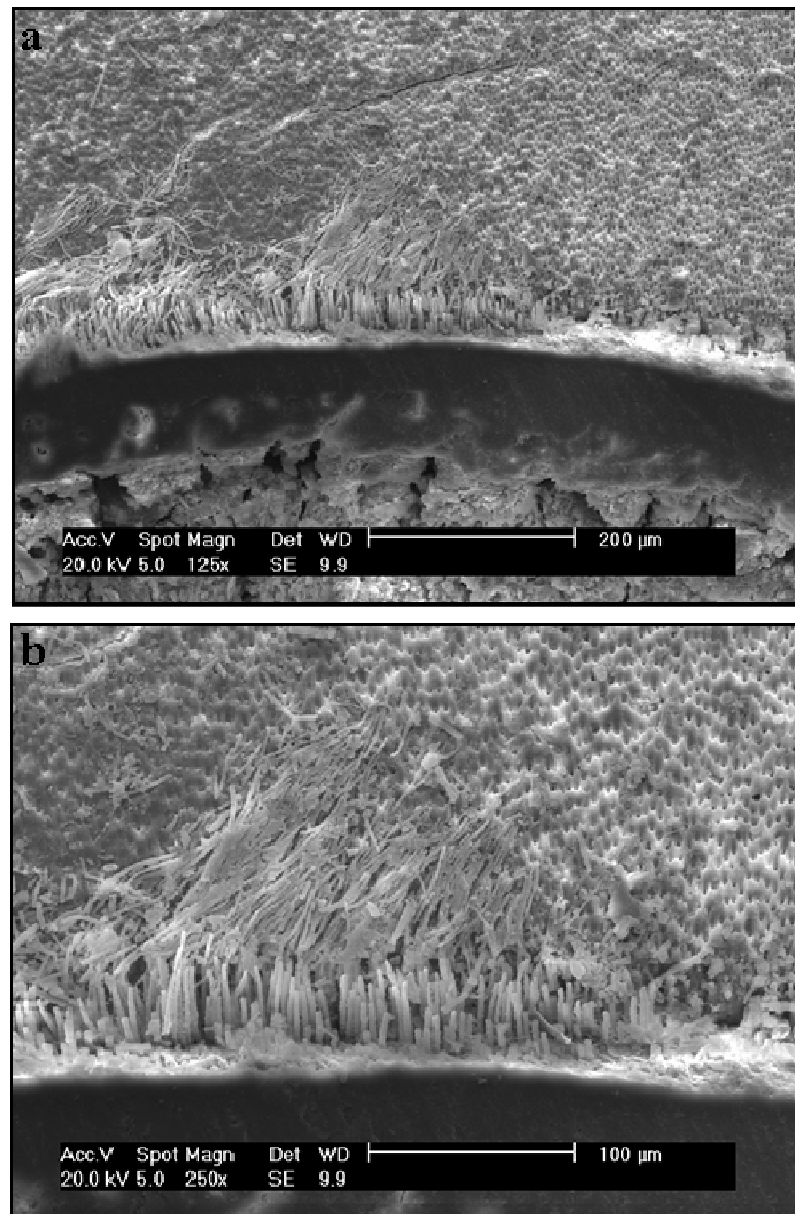


Figura 9 – Imagens de fotomicrografias da interface CP2-dentina. Observar em (a) e (b) a formação de prolongamentos curtos e em menor densidade.

REFERÊNCIAS¹

ABDULLAH, R. et al. An evaluation of accelerated Portland cement as a restorative material. **Biomaterials**, Kidlington, v.23, n.19, p.4001-4010, Oct. 2002.

ABEDI, H.R. et al. The use of mineral trioxide aggregate cement (MTA) as a direct pulp capping agent. **J. Endod.**, Baltimore, v.22, n.4, p.199, Apr. 1996.

ADAMO, H.L. et al. A comparison of MTA, Super-EBA, composite and amalgam as root-end filling materials using a bacterial microleakage model. **Int. Endod. J.**, Oxford, v.32, n.3, p.197-203, May 1999.

AEINEHCHI, M. et al. Mineral trioxide aggregate (MTA) and calcium hydroxide as pulp capping agents in human teeth; a preliminary report. **Int. Endod. J.**, Oxford, v.36, n.3, p.225-231, Mar. 2003.

AL-HEZAIMI, K. Et al. Human saliva penetration of root canals obturated with two types of mineral trioxide aggregate cements. **J. Endod.**, Baltimore, v.31, n.6, p.453-456, June 2005.

AMINOSHARIAE, A.; HARTWELL, G.R.; MOON, P.C. Placement of mineral trioxide aggregate using two different techniques. **J. Endod.**, Baltimore, v.29, n.10, p.679-682, Oct. 2003.

AQRABAWI, J. Sealing ability of amalgam, super EBA cement, and MTA when used as retrograde filling materials. **Br. Dent. J.**, London, v.188, n.5, p.266-268, Mar. 2000.

ARENS, D.E.; TORABINEJAD, M. Repair of furcal perforations with mineral trioxide aggregate: two case reports. **Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.**, St. Louis, v.82, n.1, p.84-88, July 1996.

ASGARY, S. et al. Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate. **J. Endod.**, Baltimore, v.31, n.2, p.101-103, Feb. 2005.

BATES, C.F.; CARNES, D.L.; DEL RIO, C.E. Longitudinal sealing ability of mineral trioxide aggregate as a root-end filling material. **J. Endod.**, Baltimore, v.22, n.11, p.575-578, Nov. 1996.

¹ Baseada na NBR 6023: 2002 da ABNT

BORTOLUZZI, E.A. et al. Sealing ability of MTA and radiopaque portland cement with or without calcium chloride for root end filling. **J. Endod.**, Baltimore, v.32, n.9, p. 897-900, Sept. 2006a.

BORTOLUZZI, E.A. et al. The use of a setting accelerator and its effect on pH and calcium ion release of mineral trioxide aggregate and white Portland cement. **J. Endod.**, Baltimore, v.32, n.12, p. 1194-1197, Dec. 2006b.

BORTOLUZZI, E.A. **Influência do cloreto de cálcio no tempo de presa, solubilidade, desintegração, pH e atividade antimicrobiana do MTA e do cimento Portland branco com radiopacificador.** 2007 77f Tese (Doutorado em Endodontia)-Faculdade de Odontologia da UNESP, Araraquara.

BOZEMAN; LEMON; ELEAZER, 2006. Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. **J. Endod.**, Baltimore, v.32, n.5, 425-428, May 2006.

BROON, N.J. et al. **Tratamento das perfurações radiculares em dentes de cães com agregado de trióxido mineral (MTA) e cimento Portland com ou sem cloreto de cálcio.** 2004. Dissertação (Mestrado em Endodontia), Universidade de São Paulo, Bauru.

CAMILLERI, J.; PITT FORD, T.R. Mineral trioxide aggregate: a review of the constituents and biological properties of the material. **Int. Endod. J.**, Oxford, v.39, n.10, p. 747-754, Oct. 2006.

CHONG, B.S.; PITT FORD, T.R.; HUDSON, M.B. A prospective clinical study of Mineral Trioxide Aggregate and IRM when used as root-end filling materials in endodontic surgery. **Int. Endod. J.**, Oxford, v.36, n.8, p.520-526, Aug. 2003.

DAOUDI, M.F.; SAUNDERS, W.P. In vitro evaluation of furcal perforation repair using mineral trioxide aggregate or resin modified glass ionomer cement with and without the use of the operating microscope. **J. Endod.**, Baltimore, v.28, n.7, p.512-515, July 2002.

DAMMASCHKE, T. et al. Chemical and physical surface and bulk material characterization of white ProRoot MTA and two Portland cements. **Dental Mat.**, Washington, v.21, p. 731-738, Jan. 2005.

DANESH, G. et al. A comparative study of selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements. **Int. Endod. J.**, Oxford, v.39, n.3, p. 213- 219, Apr. 2006.

DOMINGUEZ, M.S. et al. Histological and scanning electron microscopy assessment of various vital pulp-therapy materials. **J. Endod.**, Baltimore, v.29, n.5, p.324-333, May 2003.

DUARTE, M.A. et al. Ph and calcium ion release of 2 root –end filling materials. **Oral. Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol Endod.**, St. Louis, v.95, n.3, p. 345–347, Mar. 2003.

ECONOMIDES, N. et al. Short-term periradicular tissue response to mineral trioxide aggregate (MTA) as root-end filling material. **Int. Endod. J.**, Oxford, v.36, n.1, p.44-48, Jan. 2003.

ESTRELA, C. et al. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland Cement , calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. **Braz. Dent. J.**, São Paulo, v.11, n.1, p.3-9, 2000.

FELIPPE, W.T.; FELIPPE, M.C.S; ROCHA, M.J.C. The effect of mineral trioxide aggregate on the apexification and periapical healing of teeth with incomplete root formation. **Int. Endod. J.**, Oxford, v.39, p. 2-9, Jan. 2006.

FISCHER, E.J.; ARENS, D.E.; MILLER, C.H. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as compared with zinc-free amalgam, intermediate restorative material, and Super-EBA as a root-end filling material. **J. Endod.**, Baltimore, v.24, n.3, p.176-179, Mar.1998.

FRIDLAND, M.; ROSADO, R. Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. **J. Endod.**, Baltimore, v.29, n.12, p. 814-817, Dec. 2003.

FUNTEAS, U.R.; WALLACE, J.A.; FOCHTMAN, E.W. A comparative analysis of Mineral Trioxide Aggregate and Portland cement. **Aust. Endod. J.**, Sidney, v.29, n.1, p.43-44, Apr. 2003.

FUKS, A.B. Current concepts in vital primary pulp therapy. **Eur. J. Paediatr. Dent.**, Berlin, v.3, n.3, p.115-20, Sept. 2002.

GIULIANI, V. et al. The use of MTA in teeth with necrotic pulps and open ápices. **Dent. Traumatol.**, Copenhagen, v.18, n.4, p.217-221, Aug. 2002.

GONDIM, E. et al. Investigation of the marginal adaptation of root-end filling materials in root-end cavities prepared with ultrasonic tips. **Int. Endod. J.**, Oxford, v.36, n.7, p.491-499, July 2003.

HACHMEISTER, D.R. et al. The sealing ability and retention characteristics of mineral trioxide aggregate in a modelo of apexification. **J. Endod.** , Baltimore, v.28, n.5, p.386-390, May 2002.

HAYASHI, M.; SHIMIZU, A.; EBISU, S. MTA for obturation of mandibular central incisors with open apices: case report. **J. Endod.**, Baltimore, v.30, n.2, p.120-122, Feb. 2004.

HOLLAND, R. et al. Reaction of dogs teeth to root canal filling with mineral trioxide aggregate or glass ionomer sealer. **J. Endod.**, Baltimore, v.25, n.11, p.728-730, Nov 1999.

HOLLAND, R. et al. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. **Braz. Dent. J.**, São Paulo, v.12, n.2, p.109-113, 2001a.

HOLLAND, R. et al. Mineral Trioxide aggregate repair of lateral root perforations. **J. Endod.**, Baltimore, v.27, n.4, p.281-284, Apr. 2001b.

HSIEN, H.C. et al. Repair of perforating internal resorption with mineral trioxide aggregate: a case report. **J. Endod.**, Baltimore, v.29, n.8, p.538-539, Aug. 2003.

KOH, E.T. Mineral trioxide aggregate (MTA) as a root end filling material in apical surgery - a case report. **Singapore Dent. J.**, Singapura, v.23, n.1, p.72-78, Dec. 2000.

KUBO, C.H.; GOMES, A.P.; MANCINI, M.N. In vitro evaluation of apical sealing in root apex treated with demineralization agents and retrofiled with mineral trioxide aggregate through marginal dye leakage. **Braz. Dent. J.**, Sao Paulo, v.16, n.3, p. 187-191, Mar 2005.

LEE, Y.L. et al. Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. **Biomaterials**, Oxford, v.25, p. 787 – 793, 2004.

LEE, S.J.; MONSEF, M.; TORABINEJAD, M. Sealing ability of mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. **J. Endod.**, Baltimore, v.19, n.11, p.541-544, Nov. 1993.

LYNN, E.A.; EINBENDER, S. The use of mineral trioxide aggregate to create an apical stop in previously traumatized adult tooth with blunderbuss canal. Case report. **N.Y. State Dent. J.**, New York, v.69, n.2, p.30-32, Feb. 2003.

MAIN, C. et al. Repair of root perforations using mineral trioxide aggregate: a long term study. **J. Endod.**, Baltimore, v.30, n.2, p.80-83, Feb. 2004.

MARTIN, R. et al. Sealing properties of mineral trioxide aggregate orthograde apical plugs and root fillings in an in vitro apexification model. **J. Endod.**, Baltimore, v.33, n.3, p.272-275, Mar. 2007.

MATT, G.D. et al. Comparative study of white and gray mineral trioxide aggregate (MTA) simulating a one or two step apical barrier technique. **J. Endod.**, Baltimore, v.32, n.12, p.876-879, Dec. 2004.

MENEZES, R. et al. Histologic evaluation of pulpotomies in dog two types of mineral trioxide aggregate and regular and white Portland cements as wound dressings. **Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.**, St. Louis, v.98, n.3, p.376-379, Sept. 2004.

NAKATA, T.T.; BAE K.S.; BAUMGARTNER J.C. Perforation repair comparing mineral trioxide aggregate and amalgam using an anaerobic bacterial leakage model. **J. Endod.**, Baltimore, v.24, n.3, p.184-186, Mar. 1998.

PELLICCIONI G.A. et al. Evaluation of osteoblast-like cell response to Proroot MTA (mineral trioxide aggregate) cement. **J. Mater. Sci. Mater. Med.**, Norwell, v.15, n.2, p.167-173, Feb. 2004.

PITT FORD, T.R. et al. Use of mineral trioxide aggregate for repair of furcal perforations. **Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.**, St. Louis, v.79, n.6, p.756-763, June 1995.

PITT FORD, T.R. et al. Using mineral trioxide aggregate as a pulp-capping material. **J. Am. Dent. Assoc.**, Chicago, v.127, n.10, p. 1491-1494, Oct. 1996.

REGAN, J.D.; GUTMANN, J.L.; WITHERSPOON, D.E. Comparison of Diaket and MTA when used as a root end filling materials to support regeneration of the perirradicular tissues. **Int. Endod. J.**, Oxford, v.35, n.10, p.840-847, Oct. 2002.

ROY, C.O.; JEANSONNE B.G.; GERRETS, T.F. Effect of an acid environment on leakage of root-end filling materials. **J. Endod.**, Baltimore, v.27, n.1, p.7-8, Jan. 2001.

SANTOS, A.D. et al. Physico-chemical properties of MTA and a novel experiental cement. **Int. Endod. J.**, Oxford, v.38, n.7, p.443-447, July 2005.

SARKAR, N.K. et al. Physiochemical basis of the biologic properties of Mineral Trioxide Aggregate. **J. Endod.**, Baltimore, v.31, n.2, p.97-100, Feb. 2005.

SCHEERER, S.Q.; STEIMAN, H.R.; COHEN, J. A comparative evaluation of three root-end filling materials: an in vitro leakage study using *Prevotella nigrescens*. **J. Endod.**, Baltimore, v.27, n.1, p.40-42, Jan. 2001.

SHIPPER, G. et al. Marginal adaptation of mineral trioxide aggregate compared with amalgam as root-end filling material: a low vacuum versus high vacuum, SEM study. **Int. Endod. J.**, Oxford, v.37, n.5, p.325-336, May 2004.

SCHWARTZ, R.S. et al. Mineral trioxide aggregate: a new material for endodontics. **J. Am. Dent. Assoc.**, Chicago, v.130, n.7, p.967-975, July 1999.

SLUYK, S.R.; MOON, P.C.; HARTWELL, G.R. Evaluation of setting properties and retention characteristics of mineral trioxide aggregate when used as a furcation perforation repair material. **J. Endod.**, Baltimore, v.24, n.11, p.768-771, Nov 1998.

TANG, H.M.; TORABINEJAD, M.; KETTERING, J.D. Leakage evaluation of root end filling materials using endotoxin. **J. Endod.**, Baltimore, v.28, n.1, p.5-7, Jan. 2002.

TAY, F.R. et al. Calcium phosphate phase transformation produced by the interaction of the Portland cement component of white mineral trioxide aggregate with a phosphate-containing fluid. **J. Endod.**, Baltimore, v.33, n.11, p.1347-1351, Nov. 2007.

TORABINEJAD, M.; CHIVIAN, N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. **J. Endod.**, Baltimore, v.25, n.3, p.197-205, Mar. 1999.

TORABINEJAD, M. et al. Dye leakage of four root end filling materials: effects of blood contamination. **J. Endod.**, Baltimore, v.20, n.4, p.159-163, Apr. 1994.

TORABINEJAD, M. et al. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as a root-end filling material. **J. Endod.**, Baltimore, v.21, n.3, p.109-112, Mar. 1995a.

TORABINEJAD, M. et al. Investigation of mineral trioxide aggregate for root end filling in dogs. **J. Endod.**, Baltimore, v.21, n.12, p.603-608, Dec. 1995b.

TORABINEJAD, M. et al. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. **J. Endod.**, Baltimore, v.21, n.7, p.349-353, July 1995c.

TORABINEJAD, M.; WATSON, T.F; PITT FORD, T.R. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. **J. Endod.**, Baltimore, v.19, n.12, p.591-595, Dec. 1993.

VALOIS, C.R.; COSTA, E.D. Jr. Influence of the thickness of mineral trioxide aggregate on sealing ability of root-end fillings in vitro. **Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.**, St. Louis, v.97, n.1, p.108-111, Jan. 2004.

VIZGIRDA, P.J. et al. Comparison of laterally condensed gutta-percha, thermoplasticized gutta-percha and mineral trioxide aggregate as root canal filling materials. **J. Endod.**, Baltimore, v.30, n.2, p.103-106, Feb. 2004.

WELDON, J.K. et al. Sealing ability of mineral trioxide aggregate and super-EBA when used as furcation repair materials: a longitudinal study. **J. Endod.**, Baltimore, v.28, n.6, p.467-470, June 2002.

WHITE, C. Jr.; BRYANT, N. Combined therapy of mineral trioxide aggregate and guided tissue regeneration in the treatment of external root resorption and na associated osseous defect. **J. Periodontol.**, Copenhagen, v.73, n.12, p.1517-1521, Dec. 2002.

WITHERSPOON, D.E.; HAM, K. One visit apexification: technique for inducing root-end barrier formation in apical closures. **Pract. Proced. Aesthet. Dent.**, New York, v.13, n.6, p.455-460, Aug. 2001.

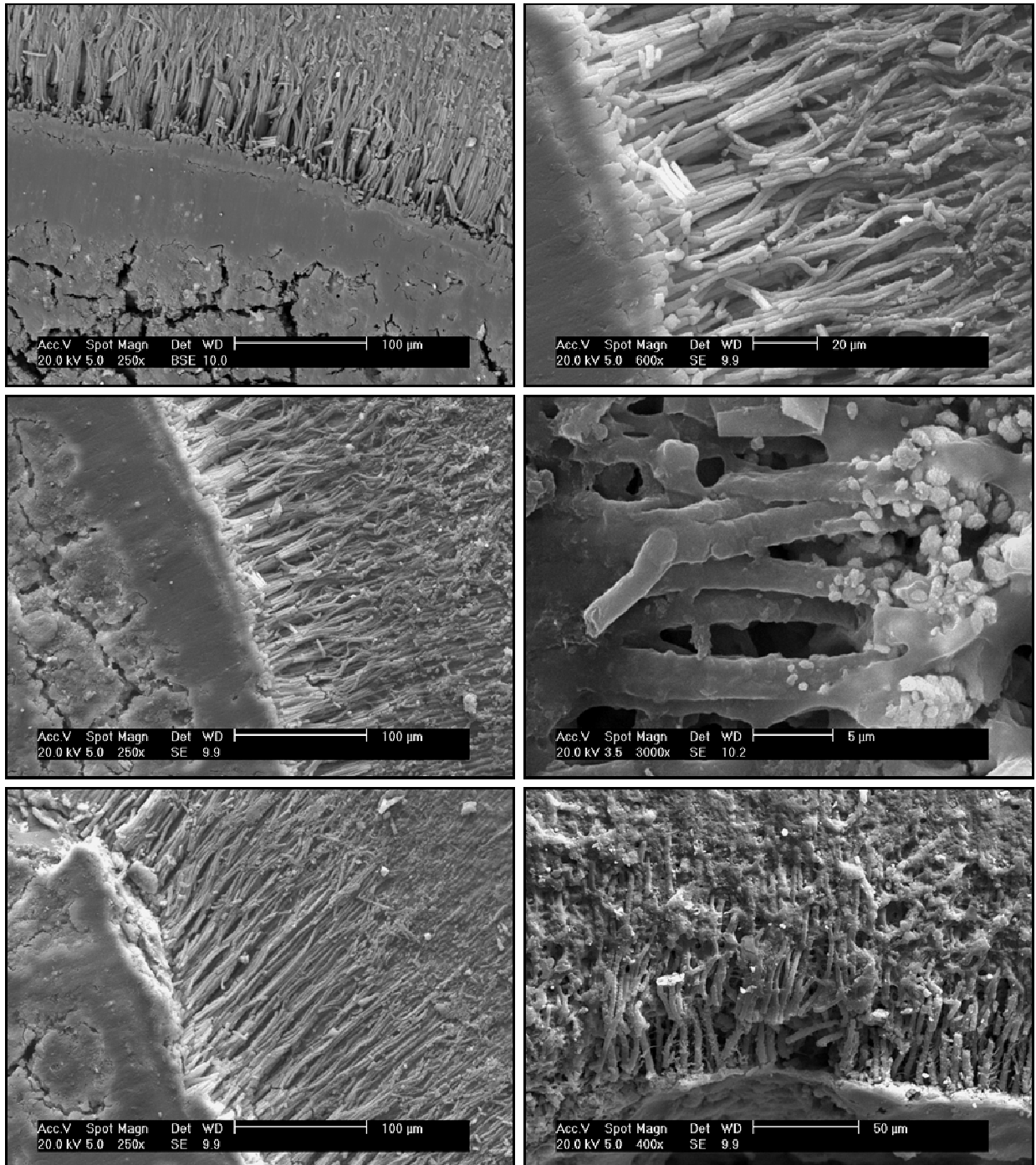
WU, M.K; KONTAKIOTIS, E.G.; WESSELINK, P.R. Decoloration of 1% methylene blue solution in contact with dental filling materials. **J. Dent.**, Guildford, v. 26, n.8, p. 585- 589, 1998.

YATSUSHIRO, J.D., BAUMGARTNER, J.C., TINKLE, J.S. Longitudinal study of the microleakage of two root-end filling materials using a fluid conductive system. **J. Endod.**, Baltimore, v.24, n.11, p.716-719, Nov.1998.

APÊNDICES

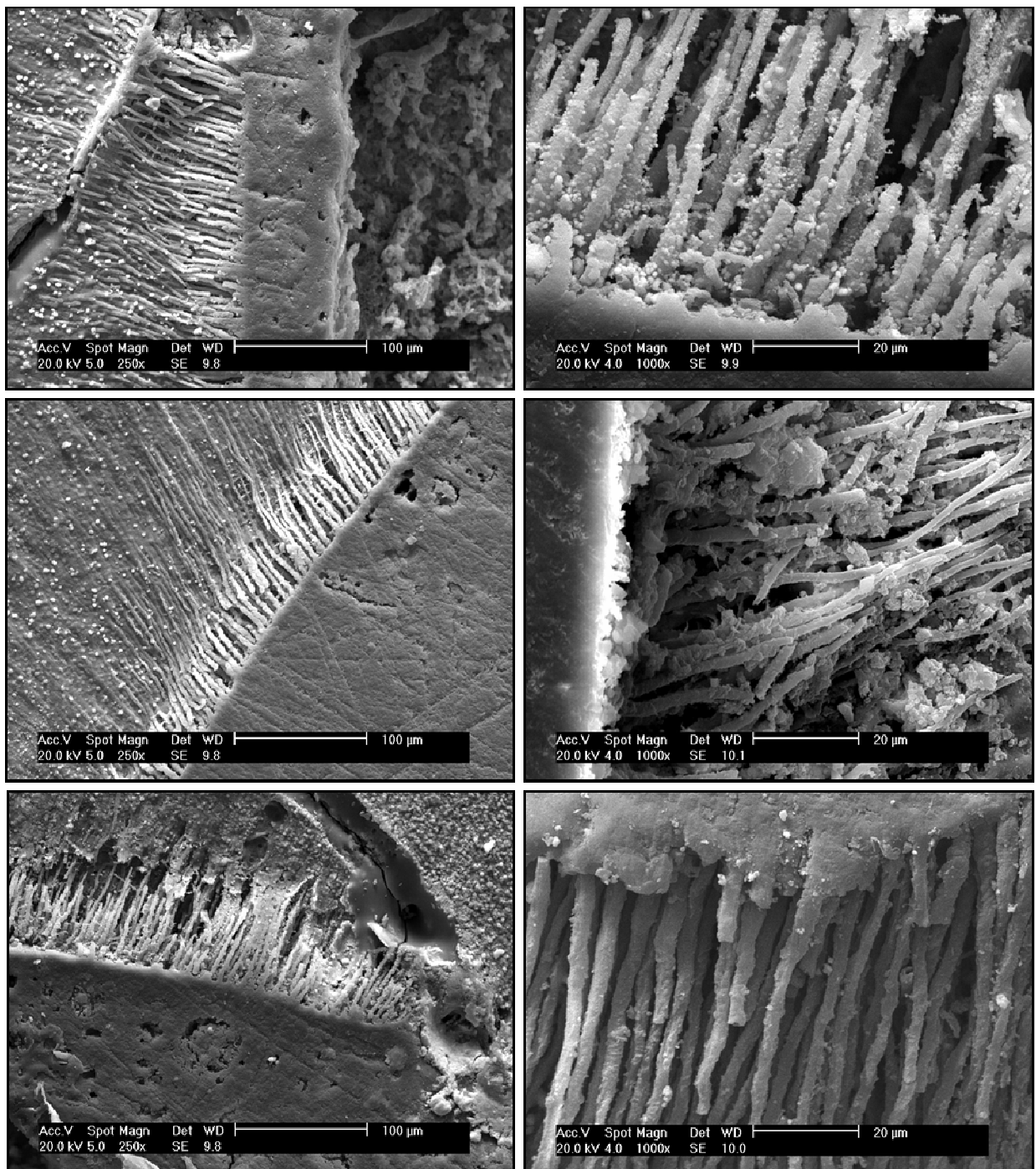
APÊNDICE A – Imagens de fotomicrografias obtidas em MEV.

Amostras do Grupo 1 (ProRoot MTA)



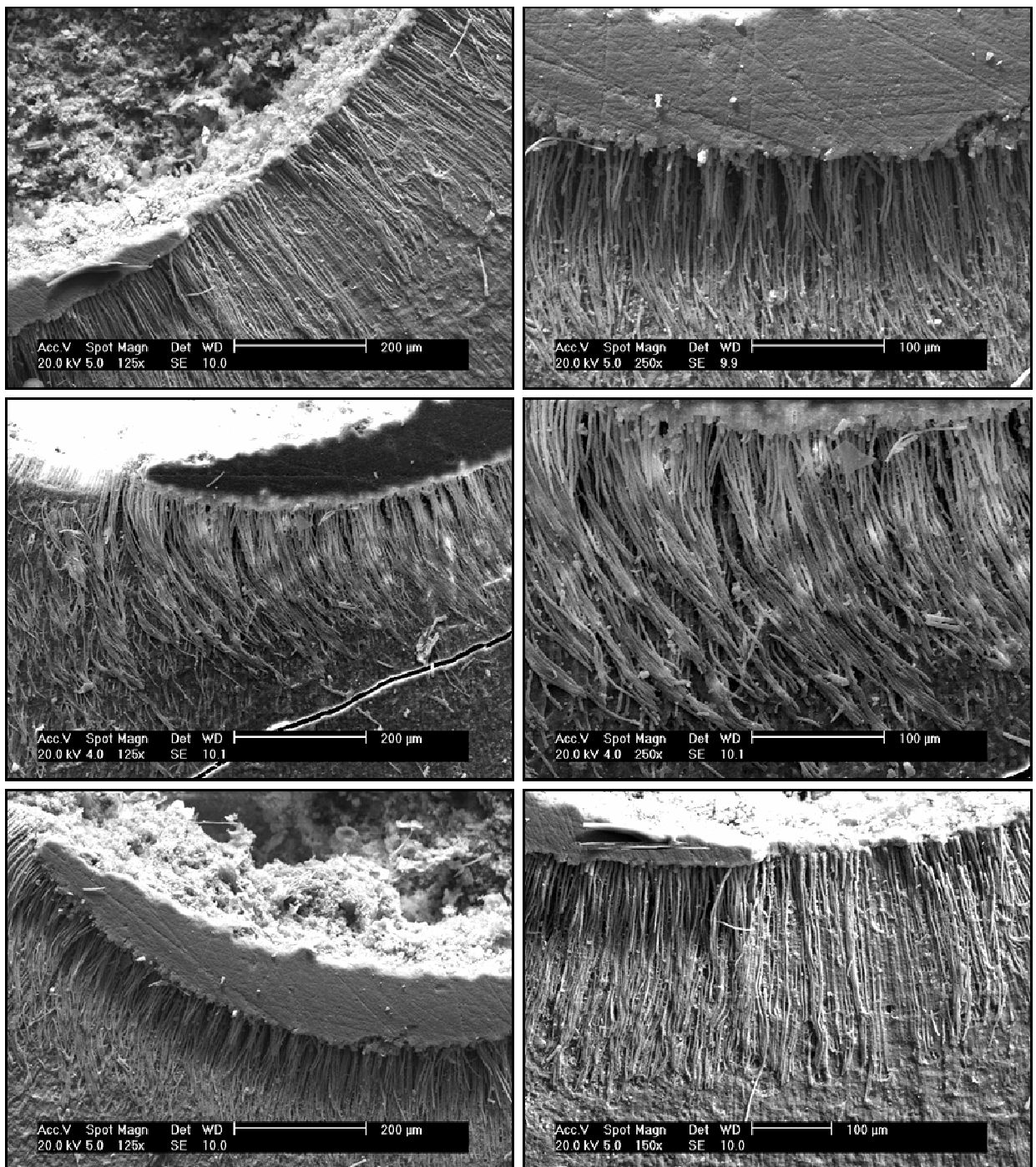
Em 5 casos os prolongamentos apresentaram ramificações laterais.

Amostras do Grupo 2 (MTA Branco)



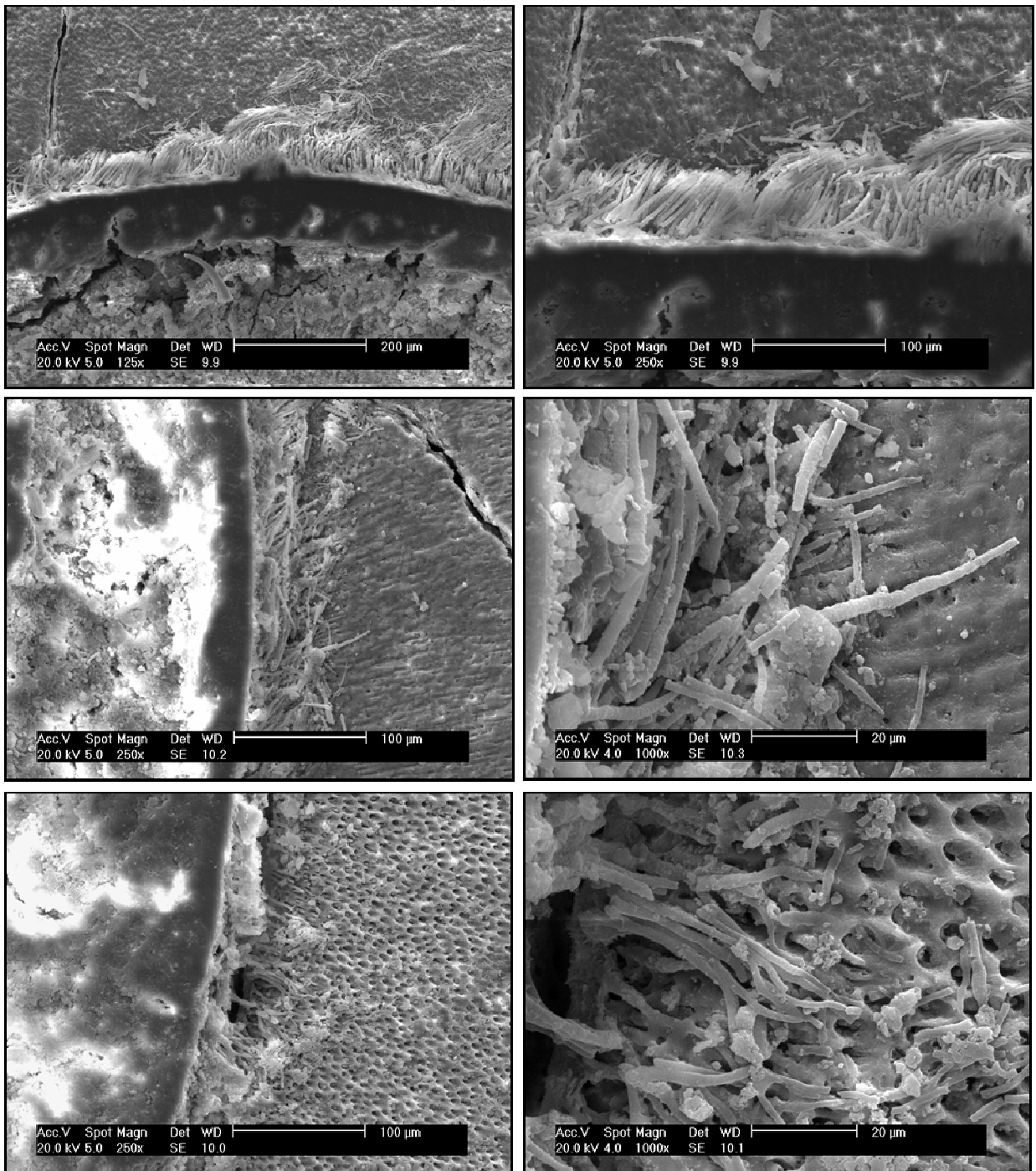
Em 2 casos foram observadas ramificações laterais nos prolongamentos. Duas amostras mostraram prolongamentos curtos.

Amostras do Grupo 3 (MTA BIO)



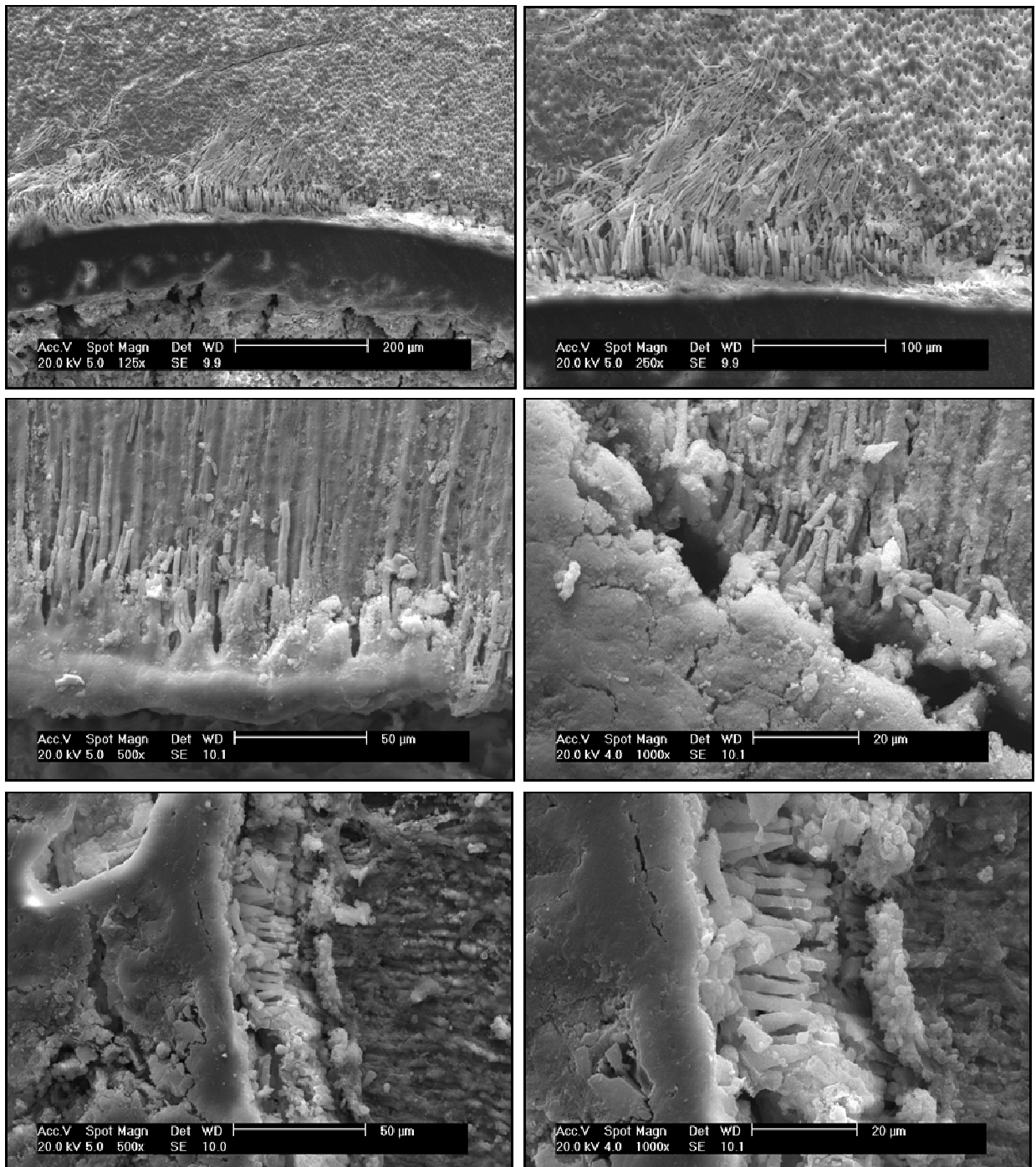
Em 7 casos foram observadas ramificações laterais nos prolongamentos. Observar a densidade dos prolongamentos.

Amostras do Grupo 4 (CP1)



Observar a presença de prolongamentos curtos e em menor densidade. Em algumas regiões foi notada a separação dos prolongamentos e da intercamada da dentina.

Amostras do Grupo 5 (CP2)



Observar a presença de prolongamentos mais curtos e em menor densidade. Em várias regiões houve separação da intercamada e dos prolongamentos da dentina.

APÊNDICE B - ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados obtidos para a comparação dos grupos experimentais foram submetidos a diferentes análises estatísticas.

Para proceder à análise das variáveis “quantidade (gr) de precipitados formados pelos cimentos” e “composição química dos cimentos, da intercamada, dos prolongamentos e da dentina” e “pH” foi utilizada a análise de variância com um fator (ANOVA). Quando da comparação, dos grupos 2 a 2, foi empregado o teste LSD.

Na análise da variável “interface cimento-dentina: Escores dos prolongamentos” foi utilizado o teste não paramétrico de Kruskal–Wallis. Quando da comparação dos grupos 2 a 2 foi considerado o teste não-paramétrico de Mann-Whitney, sendo este apropriado para comparar escores de amostras independentes. Nas comparações múltiplas feitas pelo teste de Mann-Whitney, o valor de p foi corrigido por Bonferroni.

Para estudar a variável “concentração de íons cálcio” foi realizada a estatística descritiva. Em função do pequeno número de casos em cada um dos momentos, não foi aplicado teste estatístico.

Para cada uma das variáveis, testou-se a hipótese nula de médias iguais nos 5 grupos, versus a hipótese alternativa de pelo menos um grupo com média diferente dos demais. Nas tabelas 1 a 38, para cada uma das variáveis, são apresentados os resultados de média, mediana, valor mínimo, valor máximo e desvio padrão, bem como o valor de p da comparação dos 5 grupos. Os valores de p em negrito indicam significância estatística.

Para todos os testes estatísticos utilizados, adotou-se o nível de 5% de significância.

APÊNDICE C – TABELAS

VARIÁVEL: Quantidade de precipitados formados pelos cimentos (gr).

Tabela 1 – Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio-padrão e valor de p do teste estatístico para variável da quantidade de precipitados formados pelos cimentos.

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p*
ProRoot MTA	10	0,08	0,08	0,07	0,09	0,01	<0,001
MTA Branco	10	0,07	0,07	0,05	0,08	0,01	
MTA BIO	10	0,10	0,09	0,03	0,16	0,04	
CP1	10	0,04	0,04	0,02	0,13	0,03	
CP2	10	0,06	0,05	0,04	0,09	0,01	

Tabela 2 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois em relação ao peso dos precipitados.

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2
ProRoot MTA	0,106	0,256	<0,001	0,014
MTA Branco		0,007	0,040	0,372
MTA BIO			<0,001	0,001
CP1				0,230

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

VARIÁVEL: Composição química das áreas identificadas como cimentos, intercamada (IC), prolongamentos (P), dentina (D).

Tabela 3 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio-padrão e valor de p do teste estatístico para variável da análise da composição química (elemento cálcio) das áreas identificadas como cimentos, intercamada (IC), prolongamentos (P), dentina (D).

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p*
ProRoot MTA	8	24,40	23,22	16,04	41,32	7,85	0,001
MTA Branco	8	22,99	23,93	4,19	34,94	9,46	
MTA BIO	8	25,07	25,39	22,17	26,54	1,41	
CP1	8	16,88	16,43	15,32	20,08	1,56	
CP2	8	20,99	18,70	16,17	29,87	4,80	
P	8	37,81	34,92	20,71	60,60	14,39	
IC	8	44,33	41,45	4,92	79,55	32,12	
D	8	45,50	47,11	31,70	54,00	8,35	

Tabela 4 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois em relação à análise da composição química (elemento cálcio).

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2	P	IC	D
ProRoot MTA	0,832	0,920	0,260	0,608	0,081	0,005	0,007
MTA Branco		0,754	0,360	0,764	0,055	0,003	0,004
MTA BIO			0,221	0,540	0,097	0,007	0,009
CP1				0,537	0,008	<0,001	<0,001
CP2					0,030	0,001	0,002
P						0,403	0,362
IC							0,880

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 5 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio-padrão e valor de p do teste estatístico para variável da análise da composição química (elemento fósforo) das áreas identificadas como cimentos, intercamada (IC), prolongamentos (P), dentina (D).

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p*
ProRoot MTA	8	0,89	0,58	0,03	3,16	0,98	<0,001
MTA Branco	8	0,50	0,32	0,02	1,90	0,64	
MTA BIO	8	0,37	0,29	0,00	1,06	0,35	
CP1	8	0,03	0,02	0,00	0,09	0,04	
CP2	8	0,36	0,26	0,00	0,99	0,31	
P	8	14,87	11,03	7,84	25,31	7,28	
IC	8	8,69	9,48	0,00	21,87	7,40	
D	8	12,91	12,91	5,83	22,96	6,34	

Tabela 6 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois em relação à análise da composição química (elemento fósforo).

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2	P	IC	D
ProRoot MTA	0,838	0,788	0,654	0,782	<0,001	<0,001	<0,001
MTA Branco		0,949	0,807	0,943	<0,001	<0,001	<0,001
MTA BIO			0,858	0,994	<0,001	<0,001	<0,001
CP1				0,863	<0,001	<0,001	<0,001
CP2					<0,001	<0,001	<0,001
P						0,008	0,421
IC							0,065

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 7 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio-padrão e valor de p do teste estatístico para variável da análise da composição química (elemento alumínio) das áreas identificadas como cimentos, intercamada (IC), prolongamentos (P) e dentina (D).

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p*
ProRoot MTA	8	7,18	7,12	6,33	7,98	0,62	<0,001
MTA Branco	8	4,06	3,99	2,98	5,23	0,83	
MTA BIO	8	6,33	6,35	5,01	7,77	0,91	
CP1	8	7,09	6,98	5,11	8,15	0,95	
CP2	8	7,98	7,94	6,99	8,99	0,57	
P	8	0,89	0,54	0,00	2,57	1,05	
IC	8	1,04	0,72	0,00	3,93	1,33	
D	8	0,26	0,04	0,00	0,73	0,34	

Tabela 8 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois em relação à análise da composição química (elemento alumínio).

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2	P	IC	D
ProRoot MTA	<0,001	0,057	0,838	0,073	<0,001	<0,001	<0,001
MTA Branco		<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
MTA BIO			0,088	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
CP1				0,047	<0,001	<0,001	<0,001
CP2					<0,001	<0,001	<0,001
P						0,764	0,257
IC							0,130

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 9 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio-padrão e valor de p do teste estatístico para variável da análise da composição química (elemento sílica) das áreas identificadas como cimentos, intercamada (IC), prolongamentos (P) e dentina (D).

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p*
ProRoot MTA	8	21,97	21,49	18,90	26,08	2,15	<0,001
MTA Branco	8	25,94	25,46	19,00	31,90	4,36	
MTA BIO	8	22,88	23,01	19,69	26,16	1,86	
CP1	8	28,40	28,77	21,90	33,95	3,36	
CP2	8	22,87	22,68	19,67	26,84	2,22	
P	8	7,86	7,00	0,98	16,77	6,61	
IC	8	3,26	1,83	0,00	12,10	4,23	
D	8	1,01	0,10	0,00	2,62	1,31	

Tabela 10 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois em relação à análise da composição química (elemento sílica).

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2	P	IC	D
ProRoot MTA	0,027	0,603	0,001	0,607	<0,001	<0,001	<0,001
MTA Branco		0,085	0,163	0,084	<0,001	<0,001	<0,001
MTA BIO			0,003	0,995	<0,001	<0,001	<0,001
CP1				0,003	<0,001	<0,001	<0,001
CP2					<0,001	<0,001	<0,001
P						0,028	0,003
IC							0,275

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 11 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio-padrão e valor de p do teste estatístico para variável da análise da composição química (elemento bismuto) das áreas identificadas como cimentos, intercamada (IC), prolongamentos (P) e dentina (D).

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p*
ProRoot MTA	8	13,96	13,90	9,47	18,50	2,95	<0,001
MTA Branco	8	13,68	13,62	11,47	16,32	1,70	
MTA BIO	8	18,54	18,83	16,47	19,97	1,12	
CP1	8	7,47	7,65	6,74	8,00	0,53	
CP2	8	8,17	7,96	7,50	8,97	0,52	
IC	8	1,53	0,51	0,00	5,39	2,14	
P	8	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	
D	8	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	

Tabela 12 – Comparação dos valores de p das comparações dos grupos dois a dois em relação à análise da composição química (elemento bismuto).

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2	IC
ProRoot MTA	0,746	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
MTA Branco		<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
MTA BIO			<0,001	<0,001	<0,001
CP1				0,420	<0,001
CP2					<0,001

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Observação: Os grupos P e D não entraram na análise em função de todos os resultados serem iguais a zero.

Tabela 13 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio-padrão e valor de p do teste estatístico para variável da análise da composição química (elemento ferro) das áreas identificadas como cimentos, intercamada (IC), prolongamentos (PG) e dentina (D).

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p*
ProRoot MTA	8	9,02	9,35	6,80	11,20	1,59	<0,001
MTA Branco	8	0,06	0,04	0,00	0,16	0,06	
MTA BIO	8	0,46	0,40	0,31	0,86	0,19	
CP1	8	1,10	1,13	0,50	1,82	0,45	
CP2	8	1,65	1,72	0,19	2,96	0,78	
IC	8	0,25	0,00	0,00	0,98	0,38	
PG	8	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	
D	8	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	

Tabela 14 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois em relação à análise da composição química (elemento ferro).

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2	IC
ProRoot MTA	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
MTA Branco		0,308	0,011	<0,001	0,631
MTA BIO			0,108	0,004	0,611
CP1				0,162	0,042
CP2					0,001

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Observação: Os grupos P e D não entraram na análise em função de todos os resultados serem iguais a zero.

Tabela 15 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio-padrão e valor de p do teste estatístico para variável da análise da composição química (elemento magnésio) das áreas identificadas como cimentos, intercamada (IC), prolongamentos (P) e dentina (D).

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p
ProRoot MTA	8	2,90	2,90	2,38	3,43	0,36	<0,001
MTA Branco	8	2,38	2,31	1,65	3,11	0,46	
MTA BIO	8	1,01	0,96	0,84	1,33	0,16	
CP1	8	12,65	12,30	10,91	15,03	1,63	
CP2	8	9,43	10,08	3,87	11,03	2,31	
P	8	0,58	0,59	0,19	0,85	0,24	
IC	8	0,97	0,24	0,00	5,13	1,84	
D	8	0,62	0,51	0,09	1,20	0,41	

Tabela 16 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois em relação à análise da composição química (elemento magnésio).

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2	P	IC	D
ProRoot MTA	0,419	0,005	<0,001	<0,001	0,002	0,005	0,003
MTA Branco		0,037	<0,001	<0,001	0,017	0,038	0,019
MTA BIO			<0,001	<0,001	0,557	0,955	0,594
CP1				<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
CP2					<0,001	<0,001	<0,001
P						0,601	0,961
IC							0,639

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 17 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio-padrão e valor de p do teste estatístico para variável da análise da composição química (elemento oxigênio) das áreas identificadas como cimentos, intercamada (IC), prolongamentos (P) e dentina (D).

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p*
ProRoot MTA	8	17,83	12,89	11,96	28,82	7,45	0,020
MTA Branco	8	12,51	12,35	11,26	13,56	0,81	
MTA BIO	8	11,96	11,97	11,16	13,24	0,70	
CP1	8	12,18	12,19	11,26	13,92	0,82	
CP2	8	12,18	12,19	11,26	13,92	0,82	
P	8	21,01	25,01	10,71	29,12	8,34	
IC	8	14,98	18,00	1,61	26,77	9,07	
D	8	19,73	15,91	8,21	31,7	10,14	

Tabela 18 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois em relação à análise da composição química (elemento oxigênio).

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2	P	IC	D
Pro Root MTA	0,068	0,045	0,053	0,053	0,332	0,338	0,561
MTA Branco		0,848	0,908	0,908	0,012	0,406	0,031
MTA BIO			0,939	0,939	0,008	0,310	0,021
CP1				1	0,009	0,346	0,024
CP2					0,009	0,346	0,024
P						0,077	0,725
IC							0,161

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 19 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio-padrão e valor de p do teste estatístico para variável da análise da composição química (elemento enxofre) das áreas identificadas como cimentos, intercamada (IC), prolongamentos (P) e dentina (D).

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p*
ProRoot MTA	8	1,30	1,43	0,39	2,01	0,58	<0,001
MTA Branco	8	1,81	1,93	1,27	2,10	0,31	
MTA BIO	8	0,39	0,41	0,10	0,59	0,17	
CP1	8	5,48	5,27	4,37	7,10	0,97	
CP2	8	5,47	5,37	4,24	6,51	0,71	

Tabela 20 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois em relação à análise da composição química (elemento cálcio).

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2
ProRoot MTA	0,108	0,006	<0,001	<0,001
MTA Branco		<0,001	<0,001	<0,001
MTA BIO			<0,001	<0,001
CP1				0,974

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Observação: Os grupos P, IC e D não entraram na análise em função de todos os resultados serem iguais a zero.

Tabela 21 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio-padrão e valor de p do teste estatístico para variável da análise da composição química (elemento carbono) das áreas identificadas como cimentos, intercamada (IC), prolongamentos (P) e dentina (D).

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p*
ProRoot MTA	8	6,34	6,47	2,70	8,48	1,80	0,010
MTA Branco	8	16,49	16,69	13,48	18,13	1,51	
MTA BIO	8	12,35	12,41	10,49	13,46	0,95	
CP1	8	9,93	10,29	6,49	12,00	1,99	
CP2	8	9,93	10,29	6,49	12,00	1,99	
P	8	16,00	11,14	6,79	31,29	9,77	
IC	8	24,49	16,44	4,28	61,84	23,02	
D	8	10,96	11,15	6,32	14,34	2,92	

Tabela 22 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois em relação à análise da composição química (elemento cálcio).

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2	P	IC	D
ProRoot MTA	0,024	0,173	0,412	0,412	0,057	<0,001	0,355
MTA Branco		0,345	0,137	0,137	0,922	0,081	0,270
MTA BIO			0,580	0,580	0,464	0,009	0,780
CP1				1	0,226	0,002	0,836
CP2					0,226	0,002	0,836
P						0,101	0,363
IC							0,011

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 23 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio-padrão e valor de p do teste estatístico para variável da análise da composição química (elemento sódio) das áreas identificadas como cimentos, intercamada (IC), prolongamentos (P) e dentina (D).

Grupos	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p*
ProRoot MTA	8	0,14	0,16	0,04	0,24	0,08	0,002
MTA Branco	8	0,74	0,84	0,10	0,95	0,27	
MTA BIO	8	0,58	0,64	0,12	0,75	0,21	
CP1	8	0,24	0,21	0,04	0,51	0,17	
CP2	8	0,98	1,02	0,18	1,95	0,59	
P	8	0,21	0,02	0,00	0,72	0,31	
IC	8	0,86	0,32	0,00	3,22	1,13	
D	8	0,02	0,00	0,00	0,08	0,03	

Tabela 24 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois em relação à análise da composição química (elemento sódio).

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2	P	IC	D
ProRoot MTA	0,017	0,076	0,682	0,001	0,796	0,006	0,666
MTA Branco		0,512	0,045	0,327	0,062	0,639	0,012
MTA BIO			0,167	0,105	0,189	0,272	0,048
CP1				0,004	0,920	0,017	0,430
CP2					0,008	0,631	0,001
P						0,027	0,534
IC							0,005

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

VARIÁVEL – Interface cimento-dentina.

Tabela 25 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio padrão e valor de p do teste estatístico para variável – escores dos prolongamentos.

Grupos	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p*
ProRoot MTA	2,57	3	1	3	0,79	0,019
MTA Branco	2,20	2	1	3	0,84	
MTA BIO	2,78	3	2	3	0,44	
CP1	2,00	2	1	3	0,71	
CP2	1,75	2	1	2	0,46	

Tabela 26 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois pelo teste não-paramétrico de Mann-Whitney.

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2
ProRoot MTA	0,432	0,758	0,202	0,040
MTA Branco		0,240	0,690	0,354
MTA BIO			0,060	0,002
CP1				0,622

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

VARIÁVEL: pH.

Em cada um dos grupos, testou-se a hipótese nula de médias iguais em todos os momentos (5, 15, 25 e 35), versus a hipótese alternativa de pelo menos um momento com média diferente dos demais. Na TAB. 27 são apresentados os valores de p dos testes estatísticos, bem como resultados de média, mediana, valor mínimo, valor máximo e desvio-padrão.

Tabela 27 - Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio padrão e valor de p do teste estatístico para a variável pH.

Grupos	Momento	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão	Valor de p
ProRoot MTA	5	5	10,40	10,40	10,20	10,60	0,16	<0,001
	15	5	8,80	8,80	8,70	8,90	0,10	
	25	5	7,70	7,70	7,50	7,90	0,16	
	35	5	7,60	7,60	7,50	7,70	0,10	
MTA Branco	5	5	10,70	10,70	10,50	10,90	0,16	<0,001
	15	5	8,60	8,60	8,50	8,70	0,07	
	25	5	7,60	7,60	7,50	7,80	0,12	
	35	5	7,60	7,60	7,50	7,70	0,07	
MTA BIO	5	5	11,00	11,00	10,80	11,20	0,16	<0,001
	15	5	8,80	8,80	8,50	9,10	0,22	
	25	5	7,90	7,90	7,50	8,20	0,27	
	35	5	7,70	7,70	7,50	7,90	0,16	
CP1	5	5	9,60	9,80	9,00	10,10	0,47	<0,001
	15	5	7,90	7,90	7,70	8,10	0,16	
	25	5	7,50	7,50	7,40	7,60	0,07	
	35	5	7,40	7,40	7,30	7,50	0,07	
CP2	5	5	9,40	9,50	8,90	9,80	0,33	<0,001
	15	5	7,70	7,70	7,50	7,90	0,16	
	25	5	7,60	7,60	7,50	7,70	0,07	
	35	5	7,58	7,60	7,50	7,70	0,08	

Tabela 28 – Valores de p, do grupo ProRoot MTA, dos momentos dois a dois.

Momento	15	25	35
5	<0,001	<0,001	<0,001
15		<0,001	<0,001
25			0,110
35			

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 29 – Valores de p, do grupo MTA Branco, dos momentos dois a dois.

Momento	15	25	35
5	<0,001	<0,001	<0,001
15		<0,001	<0,001
25			1
35			

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 30 –Valores de p, do grupo MTA BIO, dos momentos dois a dois.

Momento	15	25	35
5	<0,001	<0,001	<0,001
15		<0,001	<0,001
25			0,016
35			

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 31 – Valores de p, do grupo CP1, dos momentos dois a dois.

Momento	15	25	35
5	<0,001	<0,001	<0,001
15		0,011	0,002
25			0,483
35			

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 32 – Valores de p, do grupo CP2, dos momentos dois a dois.

Momento	15	25	35
5	<0,001	<0,001	<0,001
15		0,325	0,241
25			0,842
35			

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Adicionalmente, em cada um dos momentos, testou-se a hipótese nula de médias iguais em todos os grupos, versus a hipótese alternativa de pelo menos um grupo com média diferente dos demais. Na TAB. 33 são apresentados os valores de p dos testes estatísticos.

Tabela 33 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois para variável pH 5.

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2
ProRoot MTA	0,113	0,003	<0,001	<0,001
MTA Branco		0,113	<0,001	<0,001
MTA BIO			<0,001	<0,001
CP1				0,283

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 34 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois para variável pH 15.

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2
ProRoot MTA	0,050	1	<0,001	<0,001
MTA Branco		0,050	<0,001	<0,001
MTA BIO			<0,001	<0,001
CP1				0,050

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 35 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois para variável pH 25.

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2
ProRoot MTA	0,329	0,059	0,059	0,329
MTA Branco		0,007	0,329	1
MTA BIO			0,001	0,007
CP1				0,329

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

Tabela 36 – Valores de p das comparações dos grupos dois a dois para variável pH 35.

Grupos	MTA Branco	MTA BIO	CP1	CP2
ProRoot MTA	1	0,137	0,006	0,760
MTA Branco		0,137	0,006	0,760
MTA BIO			<0,001	0,078
CP1				0,011

*Valores de p em negrito indicam significância estatística

VARIÁVEL: Concentração de íons cálcio

Tabela 37 – Resultados de média, mediana, valores mínimo e máximo, desvio padrão e valor de p do teste estatístico para variável concentração de íons cálcio.

Grupos	Momento	n	Média	Mediana	Mínimo	Máximo	Desvio padrão
ProRoot MTA	5	3	4,75	4,59	4,25	5,40	0,59
	15	3	7,40	6,80	4,96	10,45	2,79
	25	3	4,54	3,72	3,10	6,80	1,98
	35	3	3,40	3,23	2,87	4,10	0,63
MTA Branco	5	3	2,10	1,99	0,54	3,76	1,61
	15	3	6,93	6,85	0,69	13,25	6,28
	25	3	4,09	4,37	3,35	4,55	0,65
	35	3	3,34	3,00	2,97	4,05	0,62
MTA BIO	5	3	3,09	1,98	1,75	5,55	2,13
	15	3	21,48	15,5	4,45	44,50	20,68
	25	3	7,47	8,00	1,16	13,25	6,06
	35	3	4,85	6,04	0,26	8,25	4,13
CP1	5	3	1,67	1,67	1,45	1,88	0,22
	15	3	6,32	5,10	4,85	9,00	2,33
	25	3	3,85	3,76	3,75	4,03	0,16
	35	3	3,58	3,80	3,00	3,95	0,51
CP2	5	3	2,93	3,00	2,75	3,04	0,16
	15	3	7,10	4,65	2,17	14,47	6,50
	25	3	3,51	4,00	2,07	4,45	1,26
	35	3	2,27	2,30	1,76	2,75	0,50

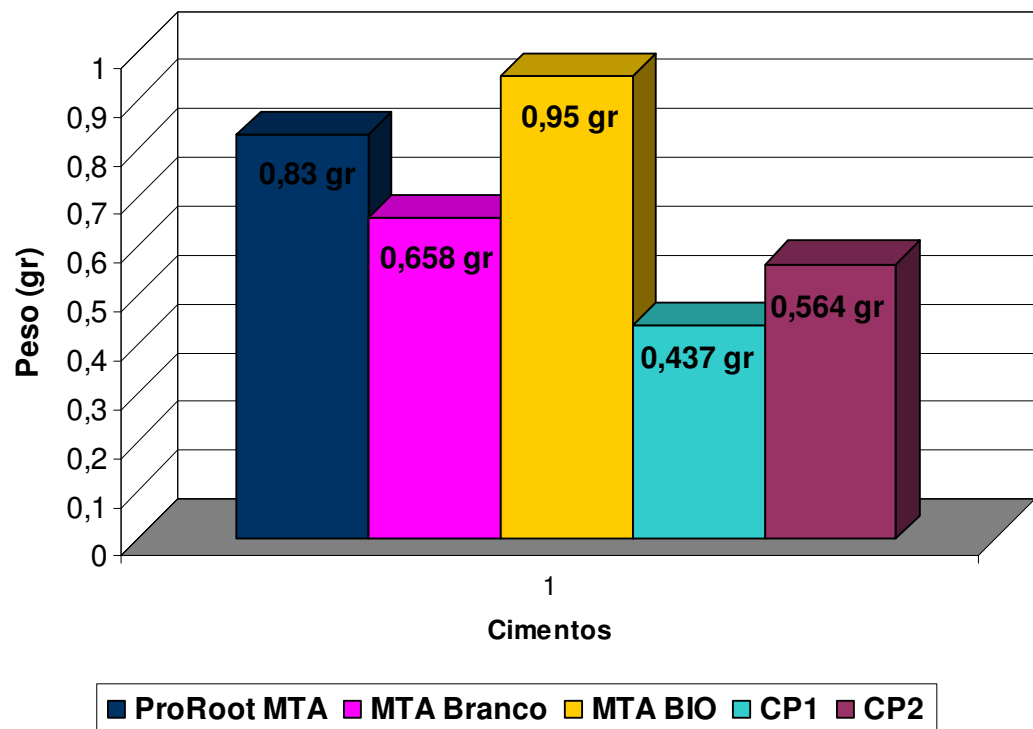
APÊNDICE D – Gráficos

Gráfico 1 – Peso (em gramas) dos precipitados.

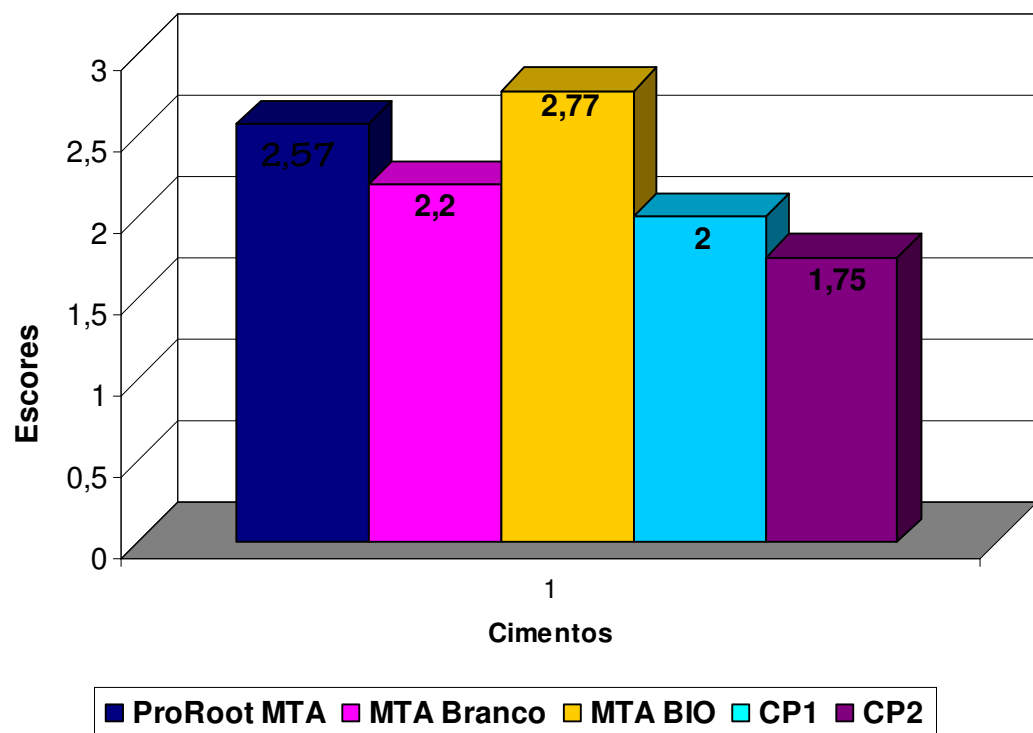


Gráfico 2 – Valores médios dos escores atribuídos aos prolongamentos formados a partir da intercamada.

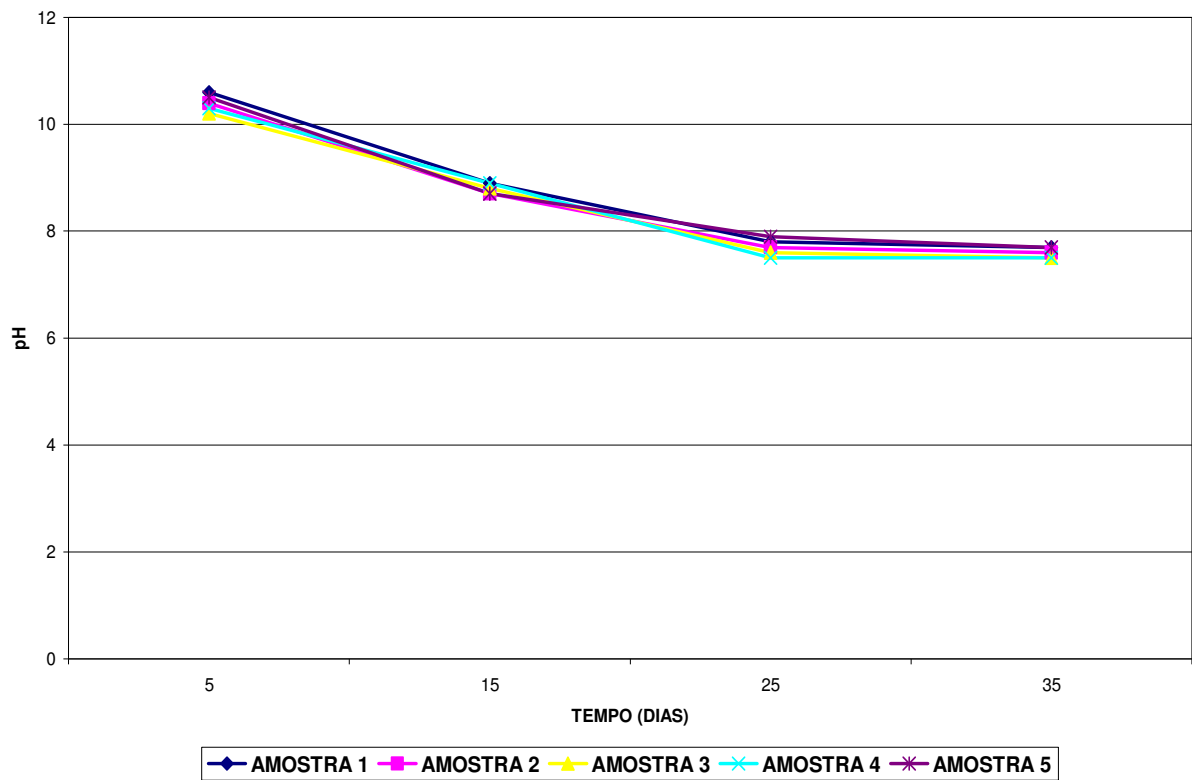


Gráfico 3 – pH da solução em contato com as amostras do Grupo 1 (ProRoot MTA).

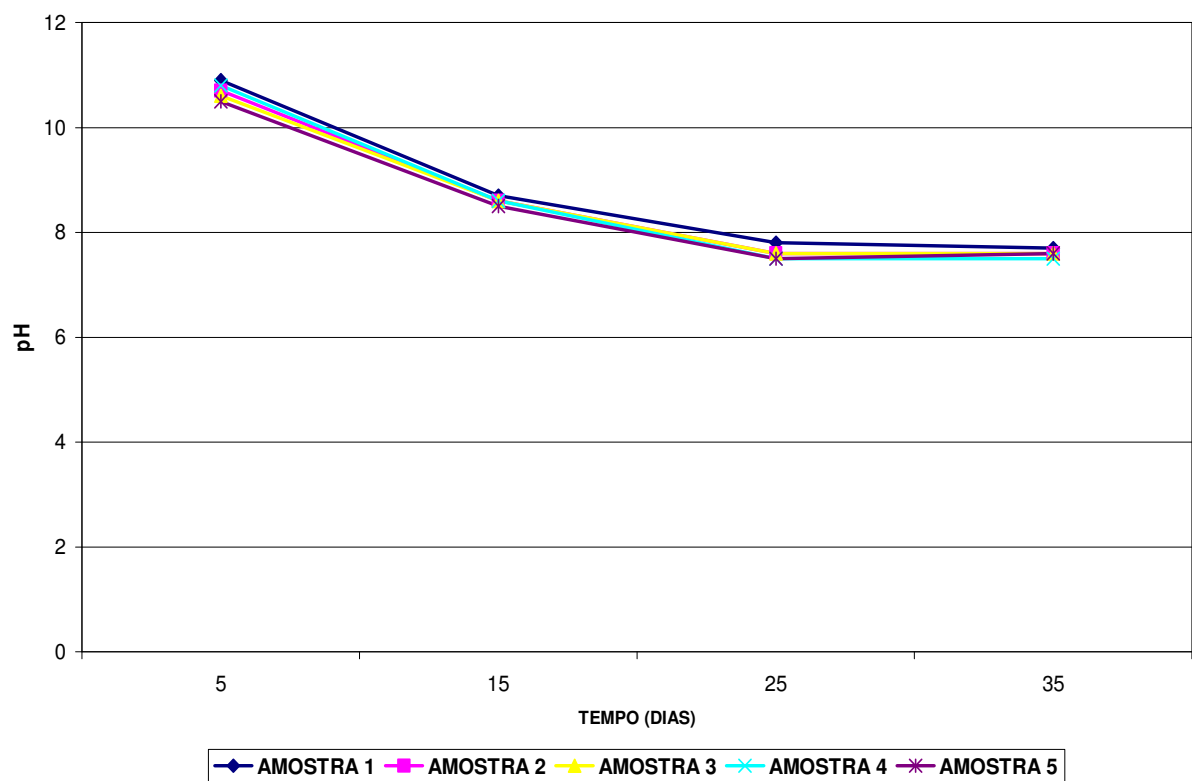


Gráfico 4 – pH da solução em contato com as amostras do Grupo 2 (MTA Branco).

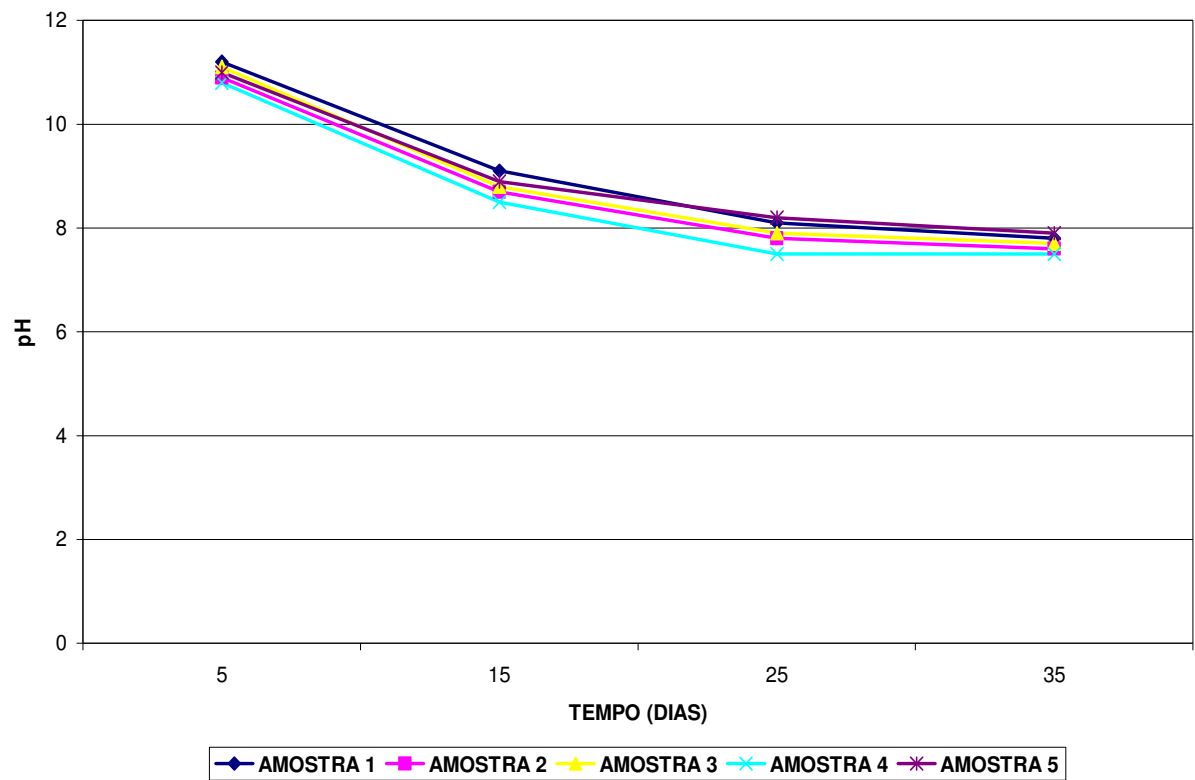


Gráfico 5 – pH da solução em contato com as amostras do Grupo 3 (MTA BIO).

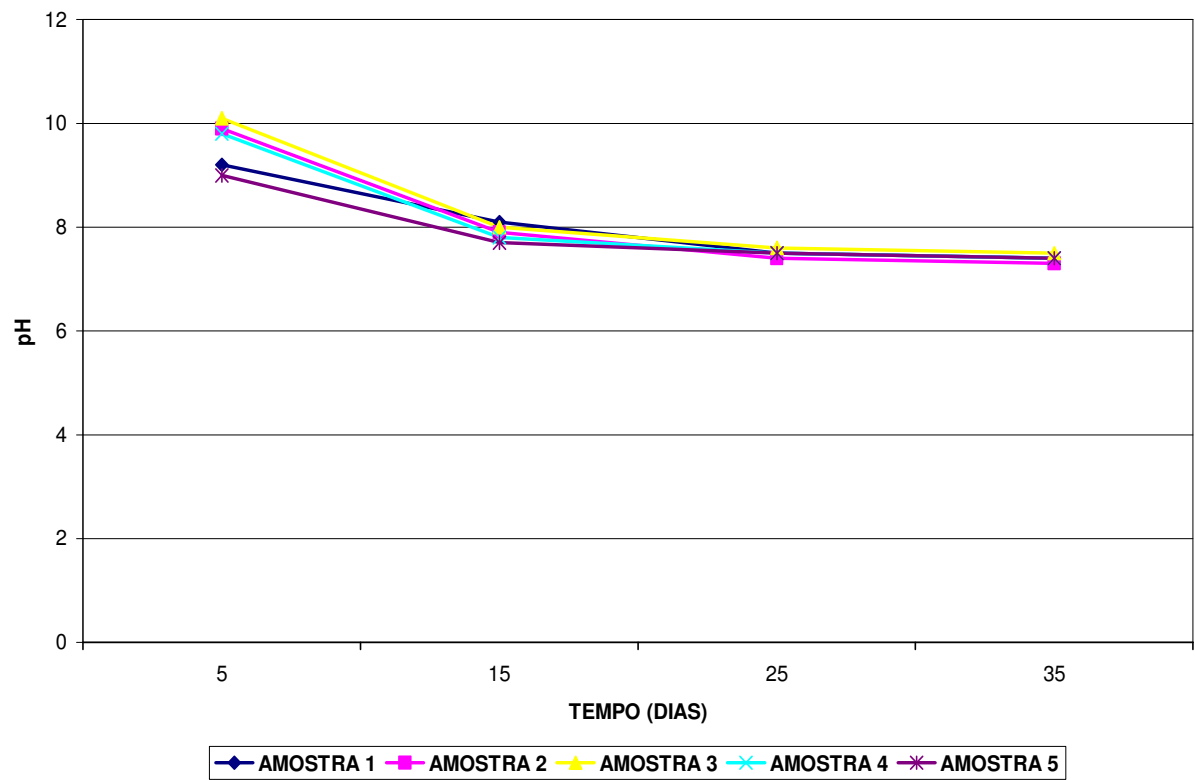


Gráfico 6 – pH da solução em contato com as amostras do Grupo 4 (CP1).

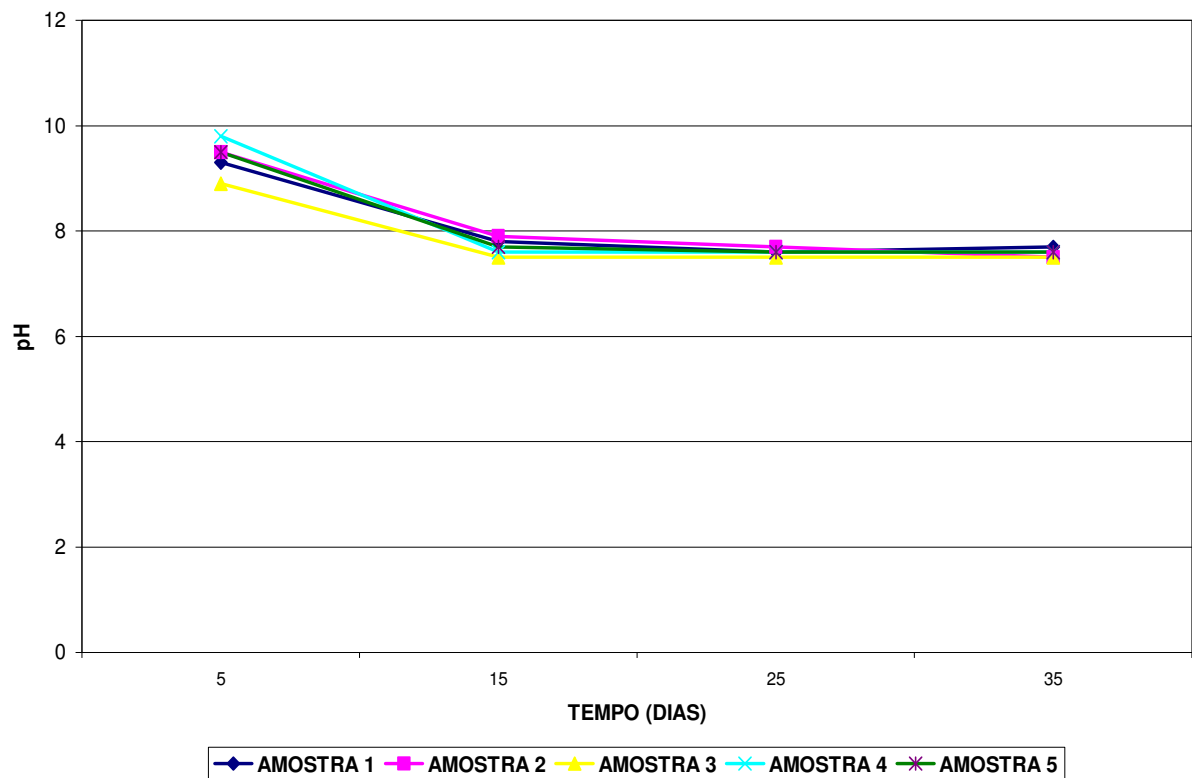


Gráfico 7 – pH da solução em contato com as amostras do Grupo 5 (CP2).

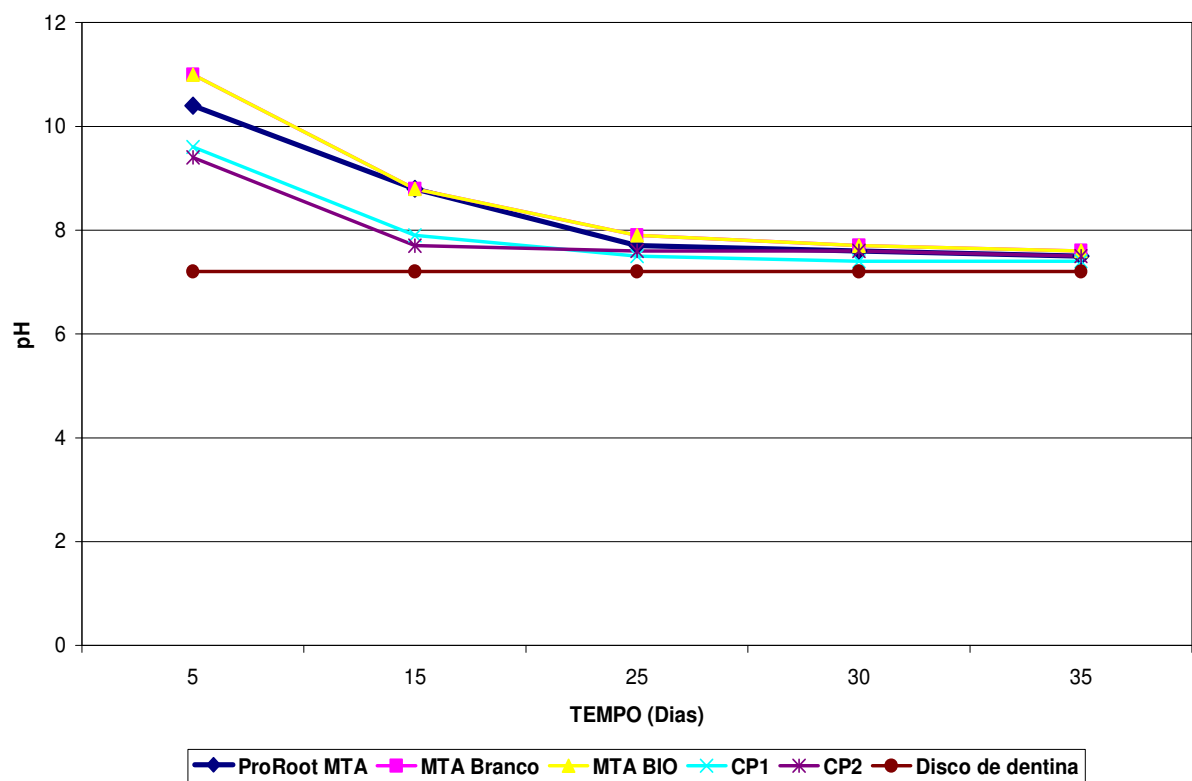


Gráfico 8 – Medidas do pH dos 5 grupos experimentais e do disco de dentina em PBS.

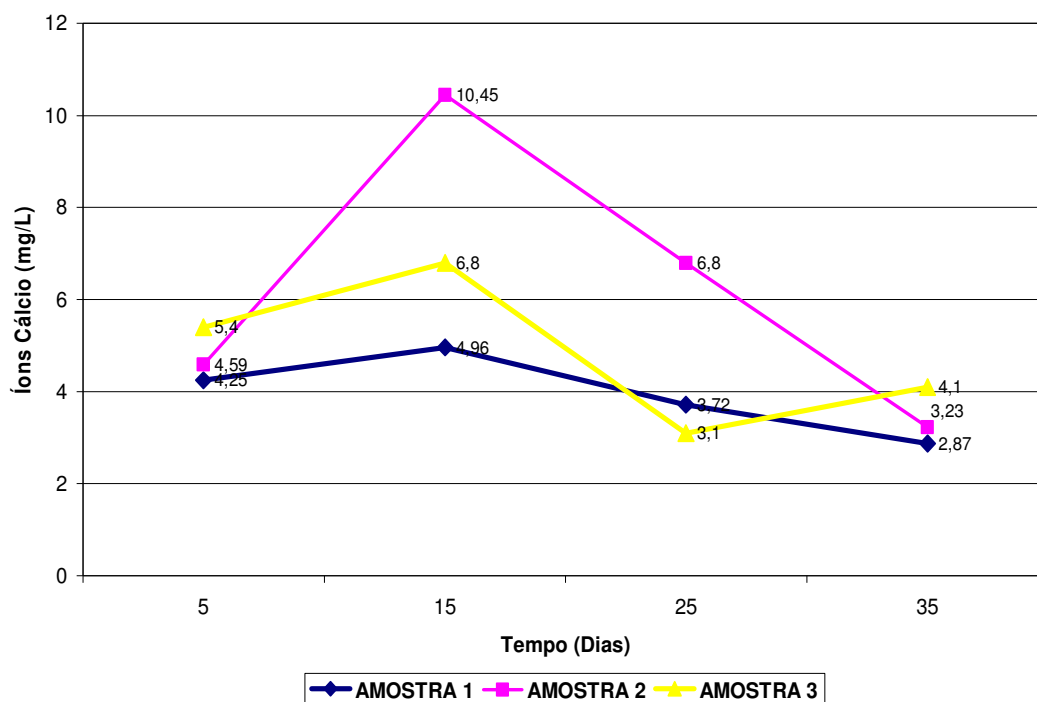


Gráfico 9 – Concentração de íons cálcio (mg/L) na solução em contato com as amostras do Grupo 1 (ProRoot MTA).

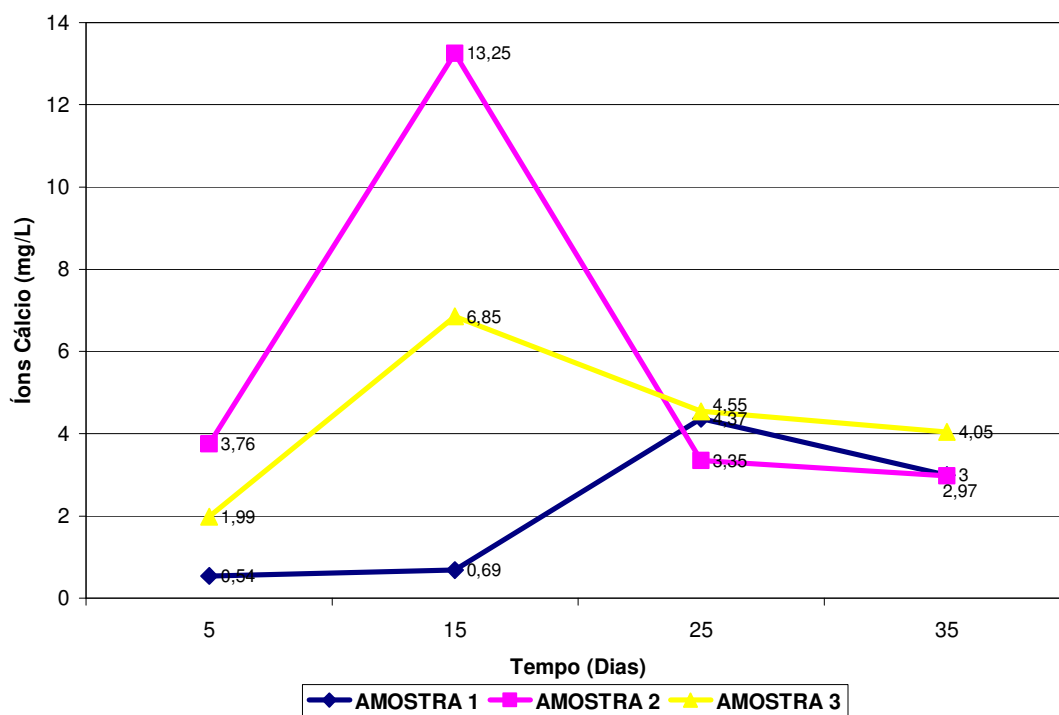


Gráfico 10 – Concentração de íons cálcio (mg/L) na solução em contato com as amostras do Grupo 2 (MTA Branco).

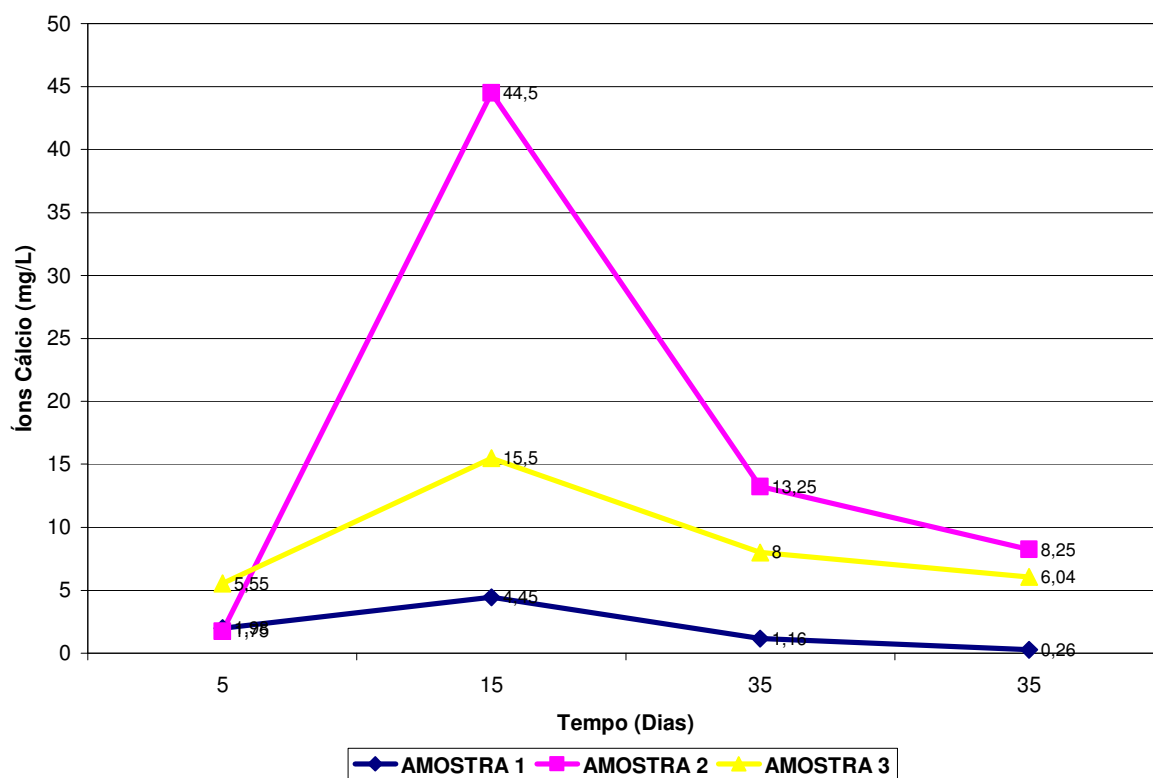


Gráfico 11 – Concentração de íons cálcio (mg/L) na solução em contato com as amostras do Grupo 3 (MTA BIO).

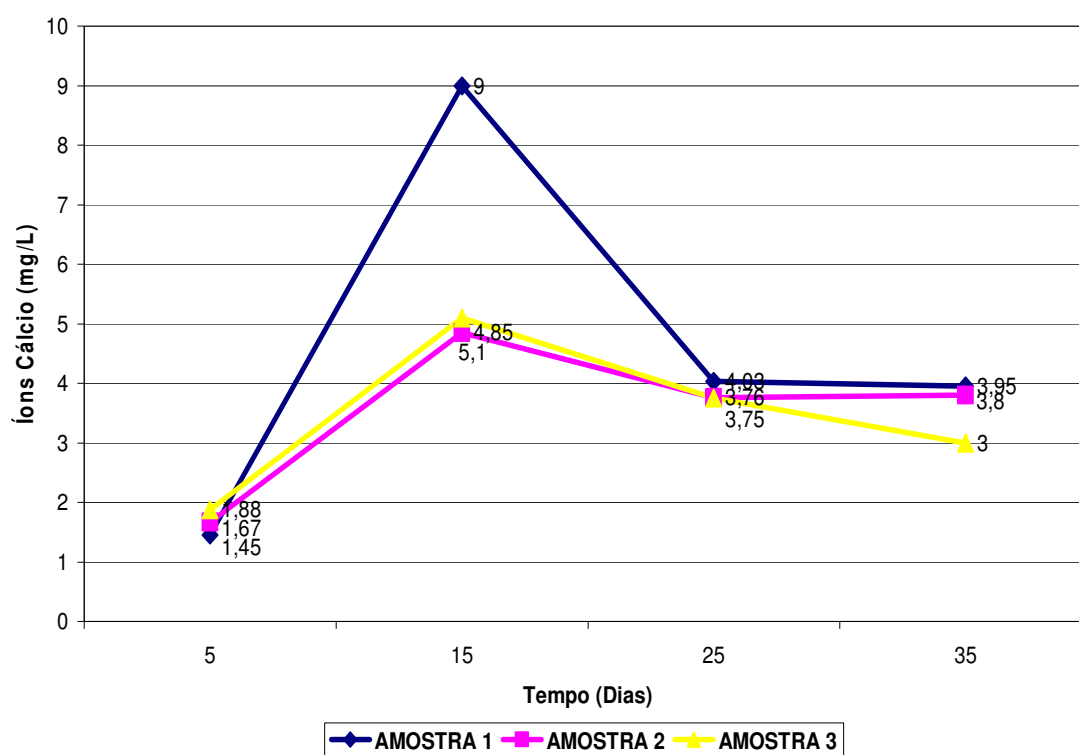


Gráfico 12 – Concentração de íons cálcio (mg/L) na solução em contato com as amostras do Grupo 4 (CP1).

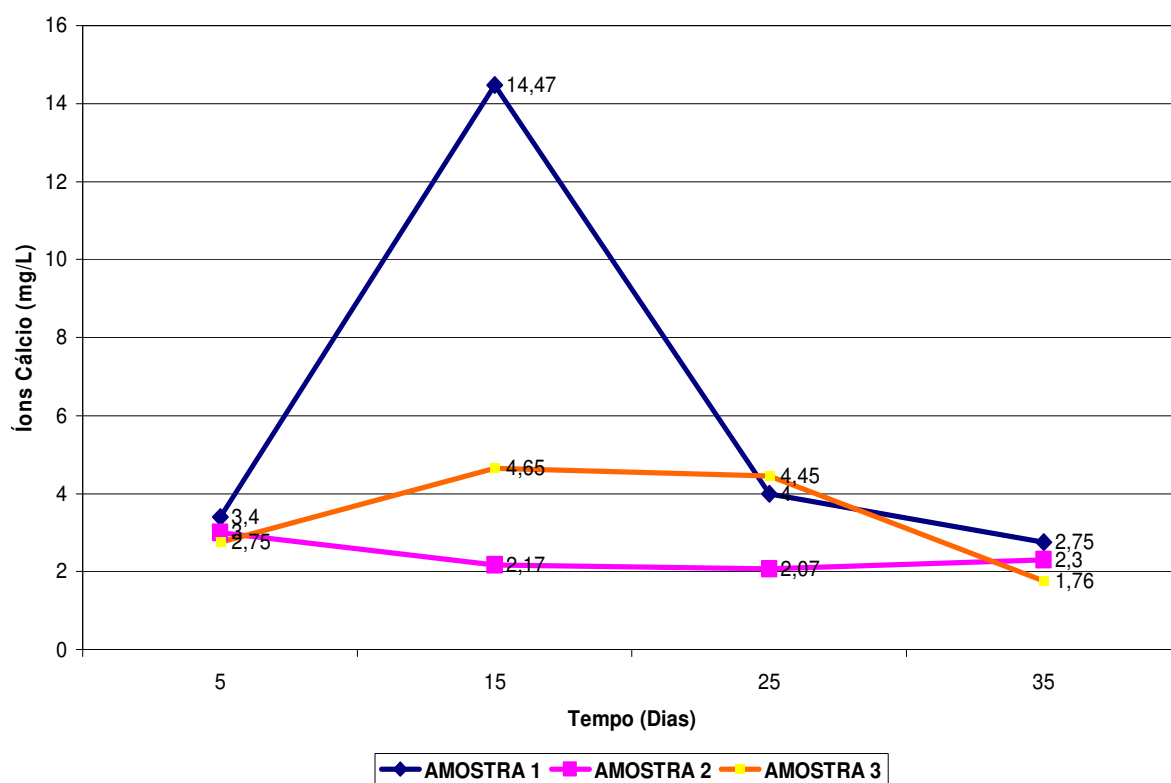


Gráfico 13 – Concentração de íons cálcio (mg/L) na solução em contato com as amostras do Grupo 5 (CP2).

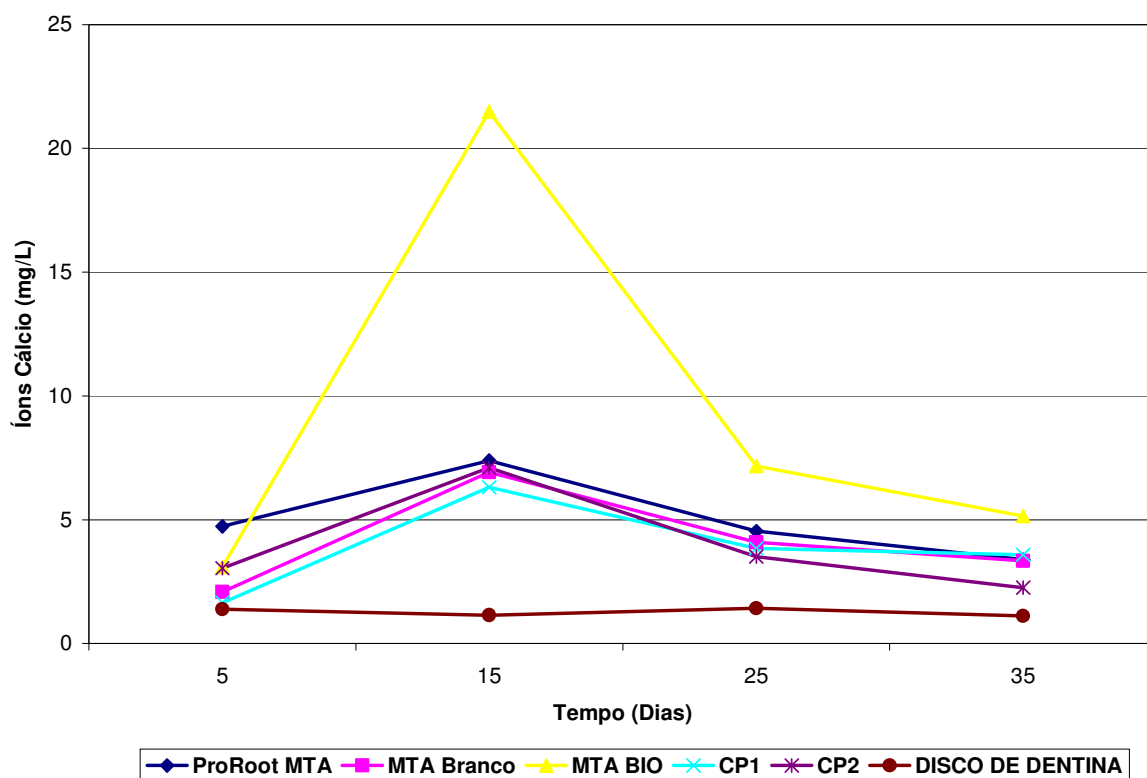
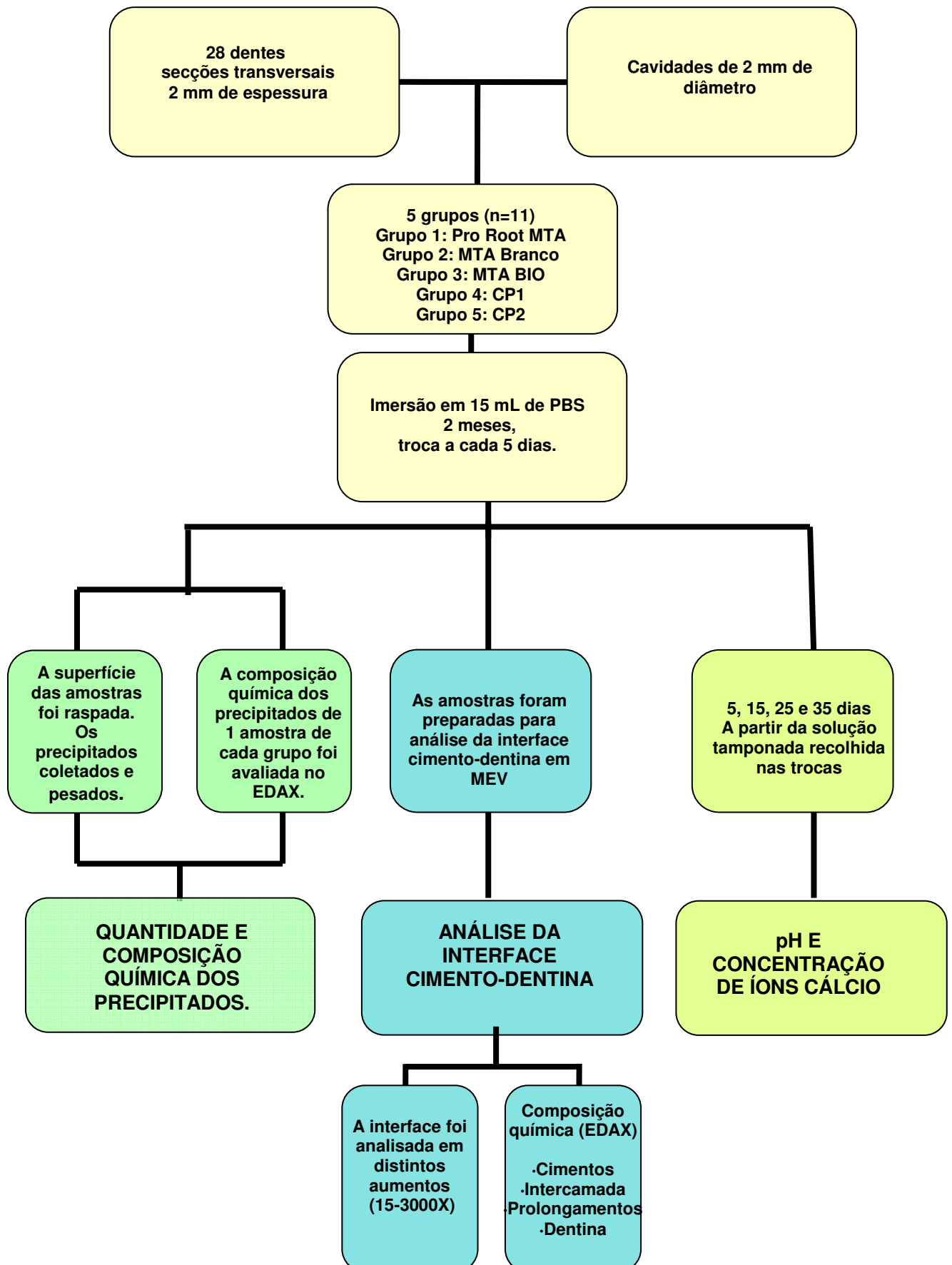


Gráfico 14 – Médias da concentração de íons cálcio (mg/L) liberados pelos cimentos e pelo disco de dentina.

APÊNDICE E – Diagrama da metodologia



APÊNDICE F – Metodologia expandida

NOME, ORIGEM E PREPARO DOS CIMENTOS EMPREGADOS

1 - ProRoot MTA regular – cinza (Dentsply, Tulsa, USA)

Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,26 mL

2 - MTA Branco (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, PR, Brasil).

Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,26 mL

3 - MTA BIO (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, PR, Brasil).

Manipulado com a solução fornecida na proporção de 1,1 g/0,18 mL

4 - Cimento experimental denominado CP1

Cimento Portland branco (Irajazinho, Votorantim, SP, Brasil) com 20% de óxido de bismuto (Seelze, Hannover, Germany).

Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,26 mL

5 - Cimento experimental denominado CP2

Cimento Portland branco (Irajazinho, Votorantim, SP, Brasil) com 20% de óxido de bismuto (Seelze, Hannover, Germany) e 10% cloreto de cálcio (Labsynth, Diadema, SP, Brasil).

Manipulado com água destilada na proporção de 1,1 g/0,18 mL

As proporções pó/líquido seguem estudo de Bortoluzzi (2007).

O pó colocado numa placa de vidro é gradualmente incorporado ao líquido. Utilizando uma espátula de manipulação, o cimento deve ser manipulado durante cerca de um minuto para garantir que todas as partículas do pó sejam hidratadas.

ORIGEM E PREPARO DO TAMPÃO FOSFATO-SALINO (PBS).

O preparo da solução foi realizado no Laboratório de Endodontia da Universidade Federal de Santa Catarina. Para a elaboração da solução (pH 7,2) foram utilizados os seguintes sais:

- 40,0 g NaCl (cloreto de sódio)
- 1,0 g KCl (cloreto de potássio)
- 5,8 g NaH_2PO_4 anidro (fosfato de sódio dibásico)
- 1,0 g KH_2PO_4 (fosfato de potássio monobásico)

A pesagem dos sais foi realizada mediante a utilização de balança analítica (Mettler PE 160). Para o preparo da solução foi utilizado um balão volumétrico e os sais foram dissolvidos em q.s.p. 5 litros de água bidestilada/deionizada.

SELEÇÃO DAS AMOSTRAS

O projeto de pesquisa foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos da Universidade Federal de Santa Catarina, sob número 133/07 (ANEXO A). Foram utilizados 28 dentes humanos, unirradiculados, extraídos por motivos alheios a esta pesquisa e doados através do Termo de Consentimento Livre e Esclarecido.

Material e Métodos

A partir de cortes transversais realizados no terço médio da raiz com disco diamantado SBT (South Baytechnology, San Clemente, CA, U.S.A.) na máquina ISOMET 1000 Low Speed Saw (Buehler Ltda., São Paulo, SP, Brasil), foram obtidas 2 secções com 2 mm espessura. Em cada secção, o espaço do canal radicular foi ampliado com ponta esférica diamantada a fim de obter uma cavidade padronizada com 2 mm de diâmetro. Após a confecção da cavidade, as secções radiculares foram imersas em solução de EDTA 17% por 3 min e em solução de hipoclorito de sódio 1% também por 3 min. Em seguida foram lavadas em água destilada durante 1 min e secas.

As secções radiculares foram divididas aleatoriamente em 5 grupos (n=11), e preenchidas com diferentes cimentos conforme descrito a seguir:

Grupo 1: ProRoot MTA (Dentsply, Tulsa Dental, Oklahoma, USA). Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,26 mL.

Grupo 2: MTA Branco (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, PR, Brasil). Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,26 mL.

Grupo 3: MTA BIO (Angelus). Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,18 mL.

Grupo 4: CP1 = Cimento Portland branco (Irajazinho, Votorantim, São Paulo, SP, Brasil) + 20% de óxido de bismuto (Seelze, Hannover, Alemanha). Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,26 mL

Grupo 5: CP2 = Cimento Portland branco (Irajazinho) + 20% de óxido de bismuto (Seelze) + 10% cloreto de cálcio (Labsynth, Diadema, SP, Brasil). Manipulado com água destilada na proporção de 1g/0,18 mL.

Com a finalidade de registrar o pH e a concentração de íons cálcio liberados pela dentina, uma amostra (um disco), sem cimento, foi utilizado como grupo controle.

As proporções pó/líquido foram estabelecidas conforme Bortoluzzi (2007).

Imediatamente após o preenchimento, as amostras foram colocadas, individualmente, em recipientes plásticos identificados, contendo 15 mL de PBS (pH = 7,2), e mantidas em estufa a 37°C por 2 meses. A cada 5 dias, a solução tampão foi substituída.

Quantidade e composição química dos precipitados

A cada 5 dias, no momento da troca da solução, quando constatado que houve formação de precipitados, a superfície de 10 amostras foi suavemente raspada com uma espátula. Os precipitados coletados foram lavados com água destilada, secos em estufa a 37 °C e pesados em balança analítica digital (Mettler PE 160). Os pesos dos precipitados, obtidos em gramas, foram registrados e avaliados estatisticamente pelos testes ANOVA e LSD. O valor crítico de significância estatística foi de 5%.

A composição química dos precipitados (uma amostra de cada grupo) foi determinada através de micro-análise por energia dispersiva (EDAX) em microscópio eletrônico de varredura (Philips SEM XL 30, Philips, Eindhoven, Netherlands). Foram realizadas 3 avaliações pontuais por amostra. Com a finalidade de analisar o

aspecto ultra-estrutural, os precipitados foram fotografados com aumentos variáveis (125-8.000 X).

Análise da interface cimento-dentina

Decorridos os 2 meses de imersão em PBS, as amostras foram lavadas em água destilada por 2h e tratadas segundo metodologia empregada por Perdigão *et al.* (1999). As amostras foram fixadas durante 12h a 4°C em glutaraldeído 2,5% tamponado com solução fosfato 0,2 M. Na seqüência, foi realizada a lavagem em tampão fosfato 0,2 M durante 1h com 2 trocas, seguida de uma breve lavagem com água deionizada. A desidratação foi feita em concentrações ascendentes de álcool etílico (25%, 50%, 75%, 90%, 95% e 100%). Em seguida, as amostras foram imersas em hexametildisilazano (HMDS) (Baker Ink, Kirwan, Qld, Austrália) durante 10 min.

Concluída a fixação e a desidratação, as amostras foram submetidas ao embutimento a frio com resina acrílica (Vigodent, São Paulo, SP, Brasil). Uma pequena quantidade de vaselina foi aplicada na parede interna de um tubo plástico PVC, de 10 mm diâmetro, para facilitar a remoção do corpo-de-prova após a polimerização da resina. A superfície do cimento a ser submetido ao teste foi colocada numa placa de vidro sobre uma fita adesiva de dupla-face. O lado em contato com a resina acrílica foi previamente coberto com uma camada de resina fotopolimerizável Z 100 (3M ESPE, São Paulo, SP, Brasil). O tubo foi fixado sobre a superfície adesiva da fita com a secção radicular em posição eqüidistante da parede interna do tubo plástico. A resina, preparada segundo as orientações do fabricante, foi lentamente vertida dentro do tubo. Após a sua polimerização, cada uma das superfícies a ser avaliada foi lixada em lixadeira elétrica rotativa Politriz (APL-40, São Paulo, SP, Brasil) com lixa de carbetto de silício 1200, 1500, 2000 por cerca de 30 s. A cada troca de lixa o corpo-de-prova foi lavado em água destilada e limpo em ultrassom (Termotrom, São Paulo, SP, Brasil) por 5 min. Após o lixamento, cada amostra foi avaliada ao microscópio óptico para comprovar a remoção da película de resina e verificar a eliminação de riscos.

O polimento foi realizado em Politriz de prato circular com panos de pelo médio e alto, sucessivamente, com abrasivo à base de alumina de 1, 0,3 e 0,05 µm de granulação. Em seguida, a resina foi desgastada com um disco diamantado de dupla-face (KG Sorensen, São Paulo, SP, Brasil), de forma a reduzir suas

dimensões, sem alcançar a secção radicular. As amostras foram limpas no aparelho de ultrassom (Termotrom) por 5 min e secas com jato de ar, procurando eliminar possíveis resíduos do corte. Em seguida, foram imersas em ácido clorídrico 6 M durante 30 s e logo após, lavadas em água deionizada. Depois, foram imersas em solução de hipoclorito de sódio 2% durante 10 min, e posteriormente, foi realizada a lavagem final em água deionizada pelo mesmo período de tempo. As amostras foram secas em estufa a 37° C durante 48h e em seguida fixadas em uma base cilíndrica de metal (*stubs*), com 1 cm de altura e 12 mm de diâmetro, de modo que a face a ser avaliada fique voltada para o observador. O conjunto foi levado ao aparelho metalizador HUMMER VII (Bal-Tec SCD 005, Bal-Tec Co.), o qual recobriu as amostras com uma camada de ouro de 300 Å. Os espécimes foram examinados ao microscópio eletrônico de varredura, operando com 15 Kv.

A região da interface cimento-dentina foi analisada em diferentes aumentos (15-3000x) a fim de verificar se houve ou não a formação da intercamada. Quando constatada, a sua composição química por elementos, foi determinada através de 3 avaliações pontuais por amostra, por meio de microanálise por energia dispersiva (EDAX). Os dados obtidos foram registrados, agrupados e avaliados estatisticamente pelos testes ANOVA e LSD. O valor crítico de significância estatística foi de 5%.

Obtenção das medidas de pH e de concentração de íons cálcio.

A solução tampão, substituída aos 5, 15, 25 e 35 dias, foi filtrada, coletada e armazenada em recipientes plásticos individuais, previamente tratados com ácido nítrico 5% v/v por 24 h e lavados com água deionizada pelo mesmo período de tempo.

Imediatamente após a coleta da solução (PBS) em contato com as amostras, a determinação do pH foi feita através de um pH-metro (INSTRUTHERM, PH-1700, São Paulo, SP, Brasil) previamente calibrado com soluções padrões de pH 7,0 e 9,0. As leituras foram realizadas em 5 amostras de cada grupo, escolhidas aleatoriamente, 2 min após a imersão do eletrodo nas soluções. Entre cada leitura, o eletrodo foi lavado com água deionizada e seco com papel absorvente. Os dados obtidos foram registrados, agrupados e avaliados estatisticamente pelos testes ANOVA e LSD. O valor crítico de significância estatística foi de 5%.

Determinado o pH, 2 gotas de ácido clorídrico foram adicionadas a cada amostra, com a finalidade de baixar o pH para 2,0 e favorecer o armazenamento em

geladeira. As medidas de concentração de íons cálcio foram feitas em 3 amostras de cada grupo, escolhidas aleatoriamente, utilizando um espectrômetro de absorção atômica (HITACHI, Tóquio, TK, Japão), modelo Z -8230 Polarized Zeeman , cujos parâmetros operacionais foram: comprimento de onda de 42,7 nm; chama óxido-nitroso/acetileno, fenda espectral: 1,3 nm, fluxo do acetileno: 4,8 l/min. A curva analítica foi preparada no intervalo de 0 a 2,0 mg/L, dependendo da concentração da amostra. No momento da leitura as soluções estavam à temperatura ambiente.

Os dados foram registrados e submetidos à análise descritiva.

Com a finalidade de registrar o pH e a concentração de íons cálcio liberados pela dentina, uma amostra (um disco), sem cimento, também foi imersa em 15 mL de PBS por 2 meses e a solução substituída a cada 5 dias.

APÊNDICE G – Justificativa para o uso dos distintos cimentos

Justificativa para testar o Cimento de Portland branco

Diferentes investigações, incluindo análise espectrométrica, confirmaram a informação do fabricante de que a composição do MTA disponível comercialmente é semelhante a do cimento Portland (ESTRELA et al., 2000). De 15 elementos químicos testados, 14 se mostraram idênticos, em parte por milhão (ppm) e peso (FUNTEAS; WALLACE; FOCHTMAN, 2003), exceto pela presença de óxido de bismuto no MTA (ESTRELA et al., 2000; FUNTEAS et al., 2003; ASGARY et al., 2005; CAMILLERI et al., 2005; DAMMASCHKE et al., 2005; DANESH et al., 2006).

Diamanti *et al.* (2003) analisaram e compararam a composição química do MTA cinza com o MTA branco. Os resultados obtidos pela difração de raios-X mostraram semelhança aos cimentos Portland comuns, porém com diferenças entre os dois materiais. Não foi detectada presença de óxido de ferro (Fe_2O_3) no MTA branco e sulfato de cálcio (CaSO_4) no MTA cinza. Concluíram que os MTAs são cimentos Portland.

Justificativa para empregar o óxido de bismuto

Devido ao fato do cimento Portland branco não possuir radiopacificador (ESTRELA et al. 2000), o óxido de bismuto foi acrescentado na mesma porcentagem encontrada no MTA comercial (20% em peso).

Justificativa para empregar o cloreto de cálcio

Levando em conta a semelhança entre MTA e cimento Portland comum, recentes pesquisas utilizaram aditivos da construção civil agregados a estes materiais com o intuito de melhorar suas propriedades físico-químicas (ABDULLAH et al., 2002; HARRINGTON, 2005; JUAREZ-BROON et al., 2006; BORTOLUZZI et al., 2006a; BORTOLUZZI et al., 2006b; KOGAN et al., 2006).

O aditivo mais utilizado tem sido o cloreto de cálcio (CaCl_2). Quando utilizado nas concentrações de 5% a 15% diminuiu o tempo de presa do MTA e do cimento Portland (KOGAN et al., 2006; HARRINGTON, 2005). O CaCl_2 a 10% melhora a capacidade seladora do MTA (BORTOLUZZI et al., 2006), mantém seu pH elevado,

em torno de 10 a 11,7, potencializa a liberação de íons cálcio em 24 h (BORTOLUZZI et al., 2006) e não interfere na biocompatibilidade desses materiais (ABDULLAH et al., 2002; JUAREZ-BROON et al., 2006).

Bortoluzzi (2007) demonstrou que o acréscimo de 10% de cloreto de cálcio ao MTA e ao cimento Portland branco com radiopacificador (óxido de bismuto a 20%) proporcionou resultados favoráveis: diminuiu o tempo de presa; diminuiu a solubilidade e não promoveu a desintegração; não interferiu no pH e na atividade antimicrobiana de ambos os cimentos.

ANEXOS



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARNA
CAMPUS UNIVERSITÁRIO - TRINDADE CEP: 88040-900 - FLORIANÓPOLIS - SC
TELEFONE (048) 234-1755 - FAX (048) 234-4069

COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA COM SERES HUMANOS

DECLARAÇÃO

DECLARAMOS, para os devidos fins e efeitos legais que, referente ao projeto nº 133/07 - "Análise da interface cimento – dentina empregando os cimentos Portland branco, MTA Branco, MTA BIO e MTA Ângelus: Estudo em MEV" o CEP / UFSC tomou ciência e que o mesmo foi aprovado na reunião de 25 de junho de 2007.

Florianópolis, 22 de novembro de 2007.

Atenciosamente

Prof. Washington Portela de Souza
Coordenador em Exercício do Comitê
de Ética Pesquisa - PRPe/UFSC.